



TUGAS AKHIR - SF141501

**ANALISIS UKURAN KRISTAL, SIFAT MAGNETIK
DAN PENYERAPAN GELOMBANG MIKRO PADA
X DAN KU-BAND BAHAN MAGNETIT (Fe_3O_4)
YANG DIBUAT DENGAN METODE
PENGGILINGAN (*MILLING*)**

**WAHYUNI LESTARI
NRP. 1111 100 703**

**Dosen Pembimbing
Dr. Mashuri, M.Si**

**Jurusan Fisika
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2015**



FINAL PROJECT - SF141501

**THE ANALYSIS OF CRYSTAL SIZE, MAGNETIC
PROPERTIES AND MICROWAVE ABSORPTION
IN X AND KU-BAND *MAGNETITE* MATERIAL
(Fe_3O_4) MADE BY *MILLING* METHOD**

**WAHYUNI LESTARI
NRP 1111 100 703**

**Advisor
Dr. Mashuri, M.Si**

**Physics Department
Faculty of Mathematic and Science
Sepuluh Nopember Institute of Technology
Surabaya 2015**

LEMBAR PENGESAHAN

ANALISIS UKURAN KRISTAL, SIFAT MAGNETIK DAN PENYERAPAN GELOMBANG MIKRO PADA X DAN KU- BAND BAHAN MAGNETIT (Fe_3O_4) YANG DIBUAT DENGAN METODE PENGGILINGAN (MILLING)

TUGAS AKHIR

Diajukan Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat
Memperoleh Gelar Sarjana Sains
pada
Bidang Fisika Material
Program Studi S-1 Jurusan Fisika
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh:

WAHYUNI LESTARI
NRP 1111100703

Disetujui oleh Tim Pembimbing Tugas Akhir

Dr. Mashuri, M.Si
NIP. 19691216 199402 1 001



Surabaya, Juli 2015

ANALISIS UKURAN KRISTAL, SIFAT MAGNETIK DAN PENYERAPAN GELOMBANG MIKRO PADA X DAN KU-BAND BAHAN MAGNETIT (Fe_3O_4) YANG DIBUAT DENGAN METODE PENGGILINGAN (MILLING)

Nama : Wahyuni Lestari
NRP : 1111100703
Jurusan : Fisika, FMIPA-ITS
Pembimbing : Dr. Mashuri, M.Si

Abstrak

Telah dilakukan penelitian untuk mengetahui pengaruh kecepatan dan waktu proses milling (penggilingan) terhadap ukuran kristal, sifat kemagnetan dan penyerapan gelombang mikro pada magnetit. Penelitian dilakukan dengan bahan dasar pasir besi Lumajang. Sintesis magnetit dari pasir besi dilakukan dengan metode separasi magnetik menggunakan magnetik permanen lalu reduksi partikel melalui proses penggilingan dengan menggunakan variasi kecepatan dan waktu penggilingan. Proses penggilingan dilakukan dengan mencampurkan magnetit, alkohol sebagai pelarut nonpolar dan bola zircon ke dalam jar Planetary Ball Mill dengan perbandingan masing-masing 1:5:5/3. Variasi kecepatan penggilingan yaitu 100 rpm, 150 rpm dan 200 rpm. Variasi waktu penggilingan yaitu 2 jam, 4 jam, dan 6 jam untuk setiap variasi kecepatan. Karakterisasi dilakukan dengan menggunakan pengujian X-Ray Fluorescence (XRF), Difraktometer Sinar-X (XRD, Scanning Electron Microscopy (SEM), Vibrating Sample Magnetometer (VSM) dan Vector Network Analysis (VNA). Analisa data XRD dilakukan dengan menggunakan perangkat lunak Match!, Rietica dan Material Analysis Using Diffraction (MAUD). Hasil perlakuan penggilingan dengan variasi kecepatan dan waktu penggilingan menunjukkan adanya perubahan ukuran butir, bentuk butir dan ukuran kristal yang semakin berkurang mengecil dengan bentuk kubik yang homogen. Ukuran kristal yang mengecil

mempengaruhi sifat kemagnetan dan penyerapan gelombang mikro karena banyaknya dipol magnetik dan pembatas domain serta luas permukaan yang semakin lebar. Ukuran kristalin terkecil sebesar 51 nm untuk sampel dengan perlakuan kecepatan penggilingan sebesar 200 rpm selama 2 jam dengan nilai saturasi magnetik (M_s), remanensi magnetik (M_r) dan koersivitas (H_c) masing-masing sebesar 37,3 emu/gr, 12,7 emu/gr dan 0,035 T. Sedangkan penyerapan gelombang mikro pada frekuensi X-Band sebesar -8,81 dB pada frekuensi maksimum 7,49 GHz dan untuk frekuensi dan Ku-Band sebesar -21,43 dB pada frekuensi maksimum 16,57 GHz.

Kata kunci : magnetit, milling, penyerap gelombang mikro, sifat magnetik, ukuran kristal.

**THE ANALYSIS OF CRYSTAL SIZE, MAGNETIC
PROPERTIES AND MICROWAVE ABSORPTION IN X
AND KU-BAND MAGNETITE MATERIAL (Fe_3O_4) MADE
BY MILLING METHOD**

Name	: Wahyuni Lestari
NRP	: 1111100703
Major	: Physics, FMIPA-ITS
Advisor	: Dr. Mashuri, M.Si

Abstract

A research has been conducted to determine the effect of speed and milling time process (grinding) toward the crystal size, magnetic properties and the microwaves absorption in magnetite. The research was conducted with the base material from iron sand of Lumajang. Synthesis of magnetite iron sands is carried by magnetic separation method using permanent magnetic, then the particle reduction is done through a milling process by using a variation of speed and milling time. Milling process is done by mixing magnetite, alcohol as a non-polar solvent, and zircon ball into the jar Planetary Ball Mill with a ratio of each is 1: 5: 5/3. Variations of milling speed are 100 rpm, 150 rpm, and 200 rpm. Variations of milling time are 2 hours, 4 hours, and 6 hours for every variation of speed. Characterization is done by using X-ray fluorescence (XRF), X-ray diffraction (XRD, Scanning Electron Microscopy (SEM), Vibrating Sample Magnetometer (VSM) and Vector Network Analysis (VNA). XRD data analysis is done by using software Match!, Rietica and Material Analysis Using Diffraction (MAUD). Results of milling treatment with variations of milling speed and time indicate the change in grain size, grain shape and crystal size which becomes smaller with diminishing homogeneous cubic shape. The decreasing of crystal size affects magnetic properties and the absorption of microwaves. It is because of the magnetic dipoles and dividing domains as well as the surface area that is increasingly wide. The smallest

crystalline size is 51 nm for the sample that use 200 rpm treatment for milling speed during 6 hours with a magnetic saturation value (M_s), magnetic remanence (M_r) and the coercivities (H_c) are 37,3 emu/gr, 12,7 emu/gr dan 0,035 T. While the microwaves absorption of X-Band frequency 8,81 dB at maximum frequency 7.49 GHz and for the Ku-band and frequency is -21,43 dB at maximum frequency 16,57 GHz.

Keywords: magnetite, miling, microwave absorption, magnetic properties, crystal size

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, puji syukur penulis ucapkan kepada Sang Maha Agung, ALLAH SWT., karena atas limpahan berkah, rahmat, dan petunjuk-Nya yang diberikan kepada penulis sehingga dapat menyelesaikan laporan Tugas Akhir (TA) ini dengan baik dan tepat pada waktunya.

Tugas Akhir (TA) ini penulis susun untuk memenuhi persyaratan menyelesaikan pendidikan strata satu (S-1) jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan (FMIPA) ITS dengan judul:

“Analisis Ukuran Kristal, Sifat Magnetik dan Penyerapan Gelombang Mikro pada X dan Ku-Band Bahan Magnetit (Fe_3O_4) yang Dibuat dengan Metode Penggilingan (*Milling*)”

Penulis juga tak lupa untuk mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada semua pihak yang telah membantu dalam proses penelitian dan penyusunan laporan Tugas Akhir (TA) ini, karena tanpa bantuan dan bimbingan mereka semua tugas akhir ini dapat diselesaikan.

1. Kedua orang tua tercinta. Ibu Suhartatik dan Ayah Abdul Mu'in yang telah memberikan didikan, dukungan, do'a restu dan segalanya untuk penulis hingga saat ini. Serta kakak dan adikku tersayang, Suyanti Tri Rahayu dan Muti'atin yang selalu memberikan dukungan penuh untuk segera menyelesaikan penulisan tugas akhir ini.
2. Kementerian Agama RI yang telah memberikan beasiswa kepada penulis melalui Program Beasiswa Santri Berprestasi (PBSB) sehingga penulis mampu menempuh jenjang perkuliahan selama 4 tahun ini dengan mudah dan lancar.
3. Bapak Dr. Mashuri, M.Si., selaku dosen pembimbing tugas akhir yang senantiasa memberikan bimbingan, arahan,

- wawasan dan motivasi kepada penulis selama proses penelitian hingga penyusunan laporan tugas akhir ini.
4. Bapak Dr. Yono Hadi Pramono dan ibu Dr. Melania Suweni Muntini selaku ketua dan sekretariat Jurusan Fisika FMIPA ITS.
 5. Bapak Endarko, Phd., selaku dosen wali yang telah membantu dalam proses akademik penulis.
 6. Bapak pembina CSS MoRA ITS, Bapak Dr. Agus Zainal Arifin, S.Kom., M.Kom dan Bapak Dr. Darmaji, S.Si., M.T., yang telah memberikan arahan dan bimbingan kepada penulis. Serta pengurus program PBSB di BAUK yang senantiasa membantu mengurus kelancaran finansial penulis.
 7. Seluruh Staf Pengajar dan Pegawai di Jurusan Fisika FMIPA ITS Surabaya yang telah memberikan ilmu kepada penulis.
 8. Bapak Sholeh dan Bapak Selamat selaku laboran Laboratorium Fisika Material yang telah membantu dalam proses penelitian.
 9. Bapak Yuyu' dan Bapak Hendrawan Kurniadi dari LIPI Bandung yang telah membantu dalam proses pengujian sampel penelitian. Serta Mas Lutfi selaku laboran Laboratorium LPPM tempat penulis menguji sampel hasil penelitian.
 10. Mbak Nurul Rosyidah yang telah memberikan tutorial menjalankan software *Material Analysis Using Diffraction* (MAUD) serta share pengalamannya.
 11. Adik-adik 2012 (Faishal, Fera, Luthfi, Shofi dan Okta) yang telah membantu dan menemani penulis dalam proses penelitian.
 12. Seluruh teman-teman keluarga "SATU MASA" CSS MoRA ITS 2011 yang telah memberikan kehangatan, kebersamaan, canda dan tawa dalam kekeluargaan yang telah terbangun selama 4 tahun ini.
 13. Segenap teman-teman Fisika FOTON 2011 yang telah memberikan support, semangat dan motivasi terbaik bagi

penulis. Terima kasih FOTON atas pelajaran berharga yang membuat kami menjadi sebuah keluarga.

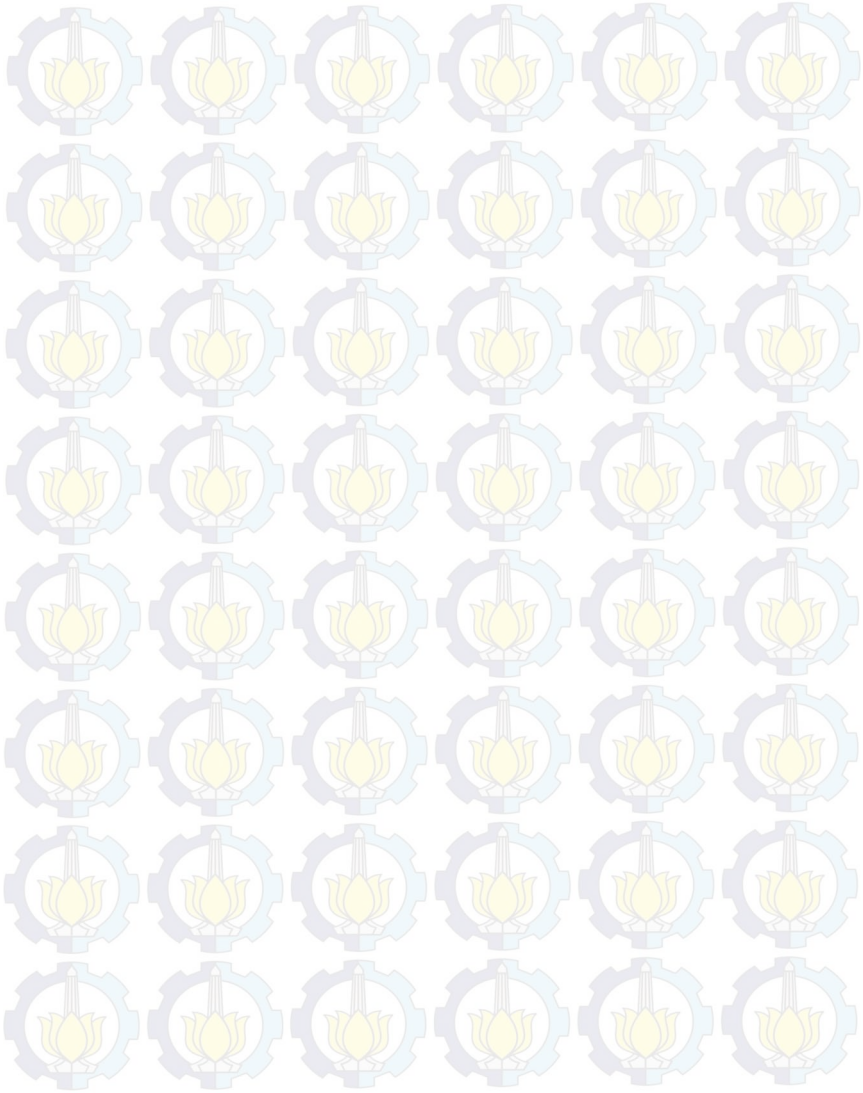
14. Mbak-mbak dan mas-mas mahasiswa S-2 Fisika ITS Surabaya yang telah memberikan bantuan dalam proses penelitian dan analisa data.
15. Teman-teman seperjuangan yang tinggal di kos Keputih Gang 3E 7A (Dian, Pipit, Aya, Fani, Nisa', Khusnul, Selvi, mbak Tya), terimakasih atas bantuan, motivasi, kebersamaan selama 2 tahun ini serta canda tawa disela kebosanan dalam penulisan tugas akhir kita semua ini. Semoga kita semua sukses.
16. Semua pihak yang telah membantu dalam penyelesaian tugas akhir ini yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu.

Penulis menyadari bahwa masih terdapat kesalahan dalam penyusunan laporan. Mohon kritik dan saran pembaca guna penyempurnaan laporan ini. Akhir kata semoga laporan Tugas Akhir ini dapat memberikan manfaat dan inspirasi bagi semua pihak untuk terus melanjutkan pengembangan dalam bidang ilmu pengetahuan. Amiin Ya Rabbal Alamiin.

Surabaya, Juli 2015

Penulis

“Halaman ini sengaja dikosongkan”



DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
COVER	ii
LEMBAR PENGESAHAN.....	iii
ABSTRAK.....	v
ABSTRACT	vii
KATA PENGANTAR.....	ix
DAFTAR ISI.....	xiii
DAFTAR GAMBAR.....	xvii
DAFTAR TABEL.....	xxiii
DAFTAR LAMPIRAN	xv
 BAB I PENDAHULUAN	 1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah.....	3
1.3 Batasan Masalah.....	3
1.4 Tujuan Penelitian.....	3
1.5 Manfaat Penelitian	4
1.6 Sistematika Penulisan.....	4
 BAB II TINJAUAN PUSTAKA	 5
2.1 Pasir Besi.....	5
2.2 <i>Magnetite</i> (Fe_3O_4) dan Karakteristiknya	7
2.2.1 Pengertian <i>Magnetite</i> (Fe_3O_4)	7
2.2.2 Stuktur Kristal.....	7
2.2.3 Sifat Fisis	9
2.2.4 SifatMagnetik	10
2.3 Penggilingan (<i>Ball Milling</i>).....	10
2.4 Kurva Histerisis dan Sifat Magnetik Bahan Ferrimagnetik	12
2.5 Penyerapan Gelombang Mikro.....	17
 BAB III METODOLOGI PENELITIAN.....	 21
3.1 Alat dan Bahan	21
3.1.1 Alat	21

3.1.2 Bahan	21
3.2 Prosedur Kerja.....	21
3.2.1 Separasi Sampel Fe_3O_4 dari Pasir Besi Lumajang	21
3.2.2 Variasi Ukuran Partikel Fe_3O_4 pada Proses Penggilingan.....	22
3.3 Metode Karakterisasi.....	24
3.3.1 Karakterisasi Komposisi Unsur pada Magnetit (Fe_3O_4) dengan XRF.....	24
3.3.2 Karakterisasi Komposisi Fasa, Struktur dan Ukuran Kristal Serbuk Magnetit (Fe_3O_4) dengan XRD.....	25
3.3.3 Karakterisasi Bentuk Morfologi Serbuk Magnetit (Fe_3O_4) dengan SEM.....	27
3.3.4 Karakterisasi Sifat Magnetik pada Serbuk Magnetik (Fe_3O_4) dengan VSM.....	28
3.3.5 Karakterisasi Penyerapan Gelombang Mikro pada Serbuk Magnetik (Fe_3O_4) dengan VNA	29
3.4 Diagram Alir Penelitian.....	30
3.4.1 Separasi Sampel Fe_3O_4 dari Pasir Besi Lumajang	30
3.4.2 Variasi Ukuran Partikel Fe_3O_4 pada Proses Penggilingan.....	31
BAB IV ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN	33
4.1 Hasil Separasi Sampel Magnetit (Fe_3O_4) dari Pasir Besi Lumajang	33
4.2 Hasil Proses Penggilingan dengan Variasi Kecepatan dan Waktu Penggilingan.....	34
4.3 Identifikasi Fasa dan Mikrostruktur.....	36
4.3.1 Identifikasi X-Ray Fluorocencies (XRF).....	36
4.3.2 Identifikasi Difraktometer Sinar-X (XRD).....	38
4.3.3 Identifikasi Mikrostruktur dengan Menggunakan SEM.....	46
4.4 Sifat Kemagnetan Menggunakan <i>Vibrating Sample Magnetometer</i> (VSM).....	49

4.5 Sifat Penyerapan Gelombang Mikro Menggunakan <i>Vector Network Analyzer (VNA)</i>	55
---	----

BAB V KESIMPULAN	71
-------------------------------	----

5.1 Kesimpulan.....	71
---------------------	----

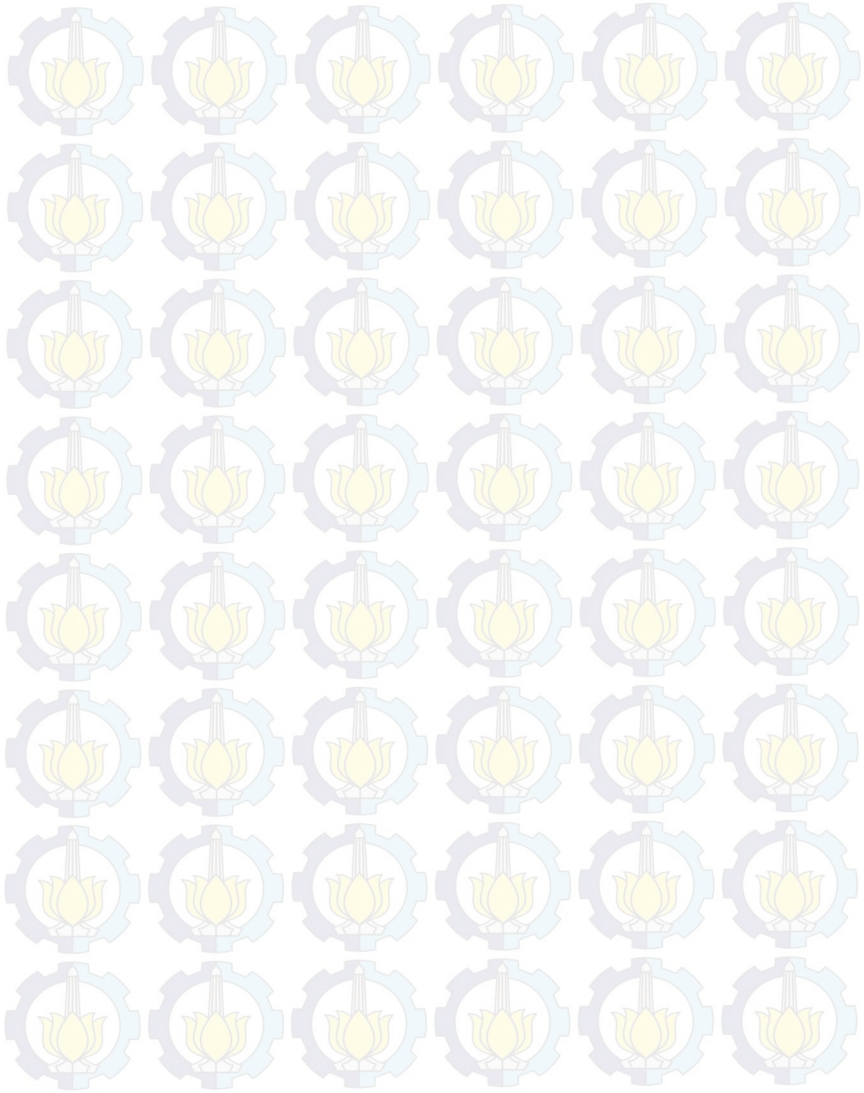
5.2 Saran.....	71
----------------	----

DAFTAR PUSTAKA	73
-----------------------------	----

LAMPIRAN	77
-----------------------	----

BIODATA PENULIS	89
------------------------------	----

Halaman ini sengaja dikosongkan”



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Pasir Besi Lumajang.....	5
Gambar 2.2	Struktur kubik ferit (Solihah, 2010), (a) posisi ion logam dalam kristal tetrahedral (A), (b) posisi ion logam dalam oktahedral (B), (c) gabungan tetrahedral dan oktahedral, (d) kubik magnet.....	8
Gambar 2.3	Struktur and Unit Sel Magnetit.....	8
Gambar 2.4	Struktur heksagonal Fe ₃ O ₄ (Solihah, 2010). (a). Gambar sisi samping dan atas Fe ₃ O ₄ (111).....	9
Gambar 2.5	Contoh magnetit dalam skala makro.....	10
Gambar 2.6	Spin magnetik bahan ferrimagnetik.....	13
Gambar 2.7	Sruktur spinel Fe ₃ O ₄	13
Gambar 2.8	Kurva Histerisis (a) saat proses magnetisasi, (b) material magnetisasi.....	16
Gambar 2.9	Jenis Interaksi Gelombang pada Material....	17
Gambar 2.10	Skema lapis tunggal absorber pada lempeng metal konduktor.....	20
Gambar 3.1	<i>Planetary Ball Mill Fritsch Pulverisette 5</i> di Laboratorium Fisika Keramik.....	23
Gambar 3.2	Alat uji XRD Philips X'Pert MPD (<i>Multi Purpose Diffractometer</i>) di Laboratorium XRD LPPM.....	25
Gambar 3.3	Alat uji SEM (Scanning Electron Microscope) JEOL JSM-5310 LV.....	27
Gambar 3.4	Alat uji VSM tipe OXFORD VSM 1.2 H di Laboratorium Magnetik Bidang Zat Mampat, BATAN.....	28
Gambar 3.5	Seperangkat alat VNA Type ADVANTEST R3770.....	29
Gambar 3.6	Diagram alir Separasi Sampel Fe ₃ O ₄ dari Pasir Besi Lumajang.....	30

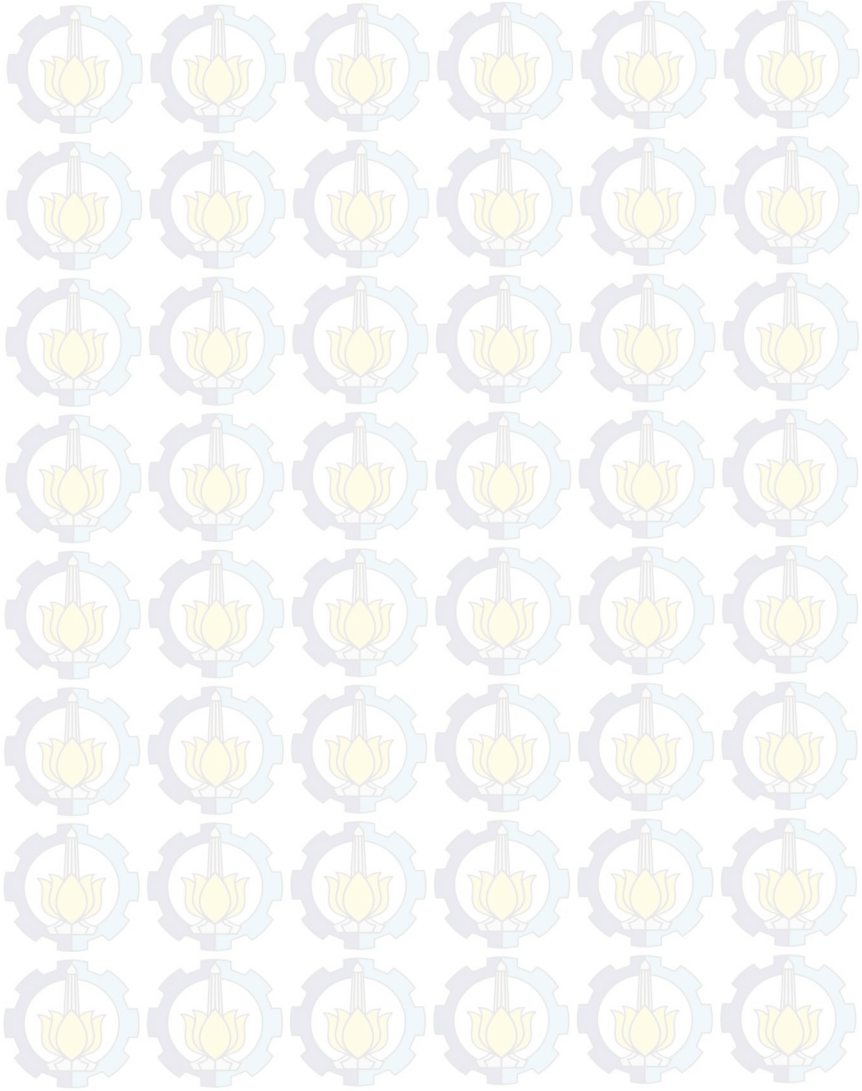
Gambar 3.7	Diagram alir variasi ukuran partikel Fe_3O_4 pada proses penggilingan.....	31
Gambar 4.1	Pengeringan pasir besi setelah disaring dan dicuci menggunakan aquades.....	33
Gambar 4.2	Proses separasi pasir besi menggunakan magnet permanen.....	34
Gambar 4.3	Hasil separasi magnetit sebanyak 10 kali....	34
Gambar 4.4	Sampel magnetit yang akan digiling dalam jar.....	36
Gambar 4.5	a) Sampel magnetit setelah digiling dengan kecepatan 100 rpm selama 2 jam, dan (b) Sampel magnetit yang telah dikeringkan dan dihaluskan.....	36
Gambar 4.6	Pola XRD ($\text{Cu-K}\alpha$) secara berurutan dari bawah: a) Pasir besi tanpa digiling, (b) digiling dengan kecepatan 100 rpm selama 2 jam, (c) digiling dengan kecepatan 100 rpm selama 4 jam dan (d) digiling dengan kecepatan 100 rpm selama 6 jam.....	38
Gambar 4.7	Pola XRD ($\text{Cu-K}\alpha$) secara berurutan dari bawah: (a) Pasir besi tanpa digiling, (b) digiling dengan kecepatan 150 rpm selama 2 jam, (c) digiling dengan kecepatan 150 rpm selama 4 jam dan (d) digiling dengan kecepatan 150 rpm selama 6 jam.....	39
Gambar 4.8	Pola XRD ($\text{Cu-K}\alpha$) secara berurutan dari bawah: (a) Pasir besi tanpa digiling, (b) digiling dengan kecepatan 200 rpm selama 2 jam, (c) digiling dengan kecepatan 200 rpm selama 4 jam dan (d) digiling dengan kecepatan 200 rpm selama 6 jam.....	39
Gambar 4.9	Kecocokan grafik data terukur (hasil XRD) dengan data terhitung (model) melalui proses penghalusan (<i>refinement</i>) menggunakan software Rietica.....	42

Gambar 4.10	Pola pencocokan grafik XRD dari data terukur dan data terhitung (model) untuk sampel Fe_3O_4 setelah dilakukan proses penggilingan dengan kecepatan 200 rpm selama 2 jam. Garis warna biru menunjukkan pola difraksi dan garis warna hitam atas menunjukkan pola difraksi terhitung. Sedangkan kurva hitam paling bawah merupakan plot selisih antara pola difraksi terukur dan pola difraksi terhitung. Garis-garis tegak menyatakan posisi-posisi puncak Brag.....	45
Gambar 4.11	Mikrostruktur serbuk magnetit sebelum proses penggilingan dengan perbesaran 300 kali.....	47
Gambar 4.12	Mikrostruktur serbuk magnetit setelah dilakukan proses penggilingan dengan kecepatan 200 rpm selama 2 jam dengan percepatan 20.000 kali.....	48
Gambar 4.13	Mikrostruktur serbuk magnetit setelah dilakukan proses penggilingan dengan kecepatan 200 rpm selama 4 jam dengan percepatan 20.000 kali.....	49
Gambar 4.14	Hasil VSM untuk sampel magnetit (a) tanpa digiling, (b) digiling dengan kecepatan 100 rpm selama 2 jam, (c) digiling dengan kecepatan 100 rpm selama 4 jam dan (d) digiling dengan kecepatan 100 rpm selama 6 jam.....	50
Gambar 4.15	Hasil VSM untuk sampel magnetit (a) tanpa digiling, (b) digiling dengan kecepatan 150 rpm selama 2 jam, (c) digiling dengan kecepatan 150 rpm selama 4 jam dan (d) digiling dengan kecepatan 150 rpm selama 6 jam.....	51

Gambar 4.16	Hasil VSM untuk sampel magnetit (a) tanpa digiling, (b) digiling dengan kecepatan 200 rpm selama 2 jam, (c) digiling dengan kecepatan 200 rpm selama 4 jam dan (d) digiling dengan kecepatan 200 rpm selama 6 jam.....	51
Gambar 4.17	<i>Reflection Loss</i> dalam fungsi frekuensi pada magnetit (a) sebelum digiling, dan digiling pada kecepatan sama 100 rpm dengan variasi waktu (b) 2 jam, (c) 4 jam dan (d) 6 jam pada frekuensi X-band (7-12 GHz).....	56
Gambar 4.18	<i>Reflection Loss</i> dalam fungsi frekuensi pada magnetit (a) sebelum digiling, dan digiling pada kecepatan sama 150 rpm dengan variasi waktu (b) 2 jam, (c) 4 jam dan (d) 6 jam pada frekuensi X-band (7-12 GHz).....	57
Gambar 4.19	<i>Reflection Loss</i> dalam fungsi frekuensi pada magnetit (a) sebelum digiling, dan digiling pada kecepatan sama 200 rpm dengan variasi waktu (b) 2 jam, (c) 4 jam pada frekuensi X-band (7-12 GHz).....	57
Gambar 4.20	<i>Reflection Loss</i> dalam fungsi frekuensi pada magnetit (a) sebelum digiling, dan digiling pada kecepatan sama 100 rpm dengan variasi waktu (b) 2 jam, (c) 4 jam dan (d) 6 jam pada frekuensi Ku-band (12-18 GHz)..	60
Gambar 4.21	<i>Reflection Loss</i> dalam fungsi frekuensi pada magnetit (a) sebelum digiling, dan digiling pada kecepatan sama 150 rpm dengan variasi waktu (b) 2 jam, (c) 4 jam dan (d) 6 jam pada frekuensi Ku-band (12-18 GHz).....	61

Gambar 4.22	<i>Reflection Loss</i> dalam fungsi frekuensi pada magnetit (a) sebelum digiling, dan digiling pada kecepatan sama 200 rpm dengan variasi waktu (b) 2 jam, (c) 4 jam pada frekuensi Ku-band (12-18 GHz).....	61
Gambar 4.23	<i>Reflection Loss</i> dalam fungsi frekuensi pada magnetit yang digiling dengan kecepatan sama yaitu 200 rpm dengan variasi ketebalan (a) 4 mm (b) 8 mm dan (c) 12 mm pada frekuensi X- band (7-12 GHz).....	65
Gambar 4.24	<i>Reflection Loss</i> dalam fungsi frekuensi pada magnetit yang digiling dengan kecepatan sama yaitu 200 rpm dengan variasi ketebalan (a) 4mm (b) 8 mm dan (c) 12 mm pada frekuensi Ku- band (7-12 GHz)...	66
Gambar 4.25	Grafik <i>Reflection Loss</i> dalam fungsi frekuensi pada (a) magnetit dan (b) ecosorb pada frekuensi X-band (7-12 GHz).....	68
Gambar 4.26	Grafik <i>Reflection Loss</i> dalam fungsi frekuensi pada (a) magnetit dan (b) ecosorb pada frekuensi X-band (7-12 GHz)......	68

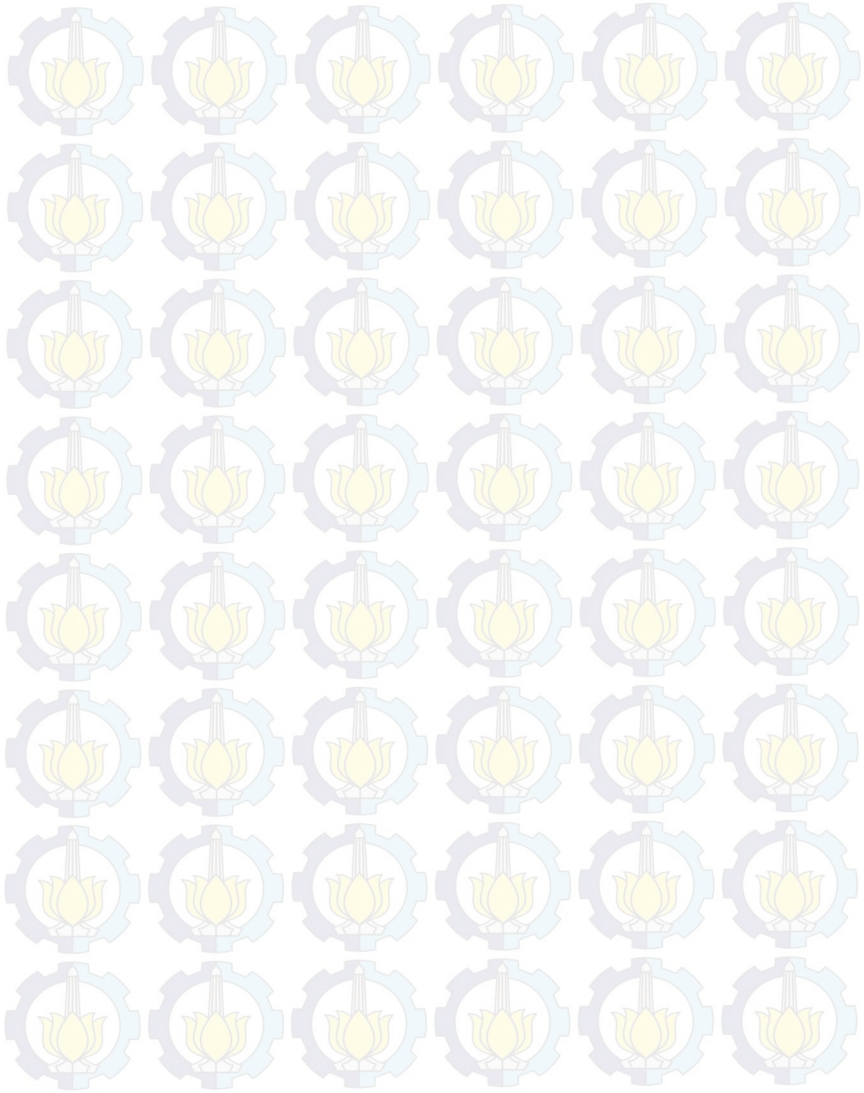
“Halaman ini sengaja dikosongkan”



DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Daerah Jangkauan Gelombang Mikro	18
Tabel 4.1	Hasil uji XRF pasir besi (<i>Iron Sand</i>).....	37
Tabel 4.2	Posisi 2 theta dari Puncak Difraksi Magnetit (PDF #96-101-1085).....	40
Tabel 4.3	Hasil analisa kecocokan data dan komposisi fasa (%wt) menggunakan Rietica.....	43
Tabel 4.4	Data ukuran kristalin magnetit hasil analisis MAUD.....	46
Tabel 4.5	Besar Medan Saturasi (Ms) dan Medan Koersivitas (Hc) Sampel Fe ₃ O ₄	53
Tabel 4.6	Parameter serapan gelombang mikro Fe ₃ O ₄ hasil separasi magnetik sebelum diberi perlakuan penggilingan pada pita frekuensi X-band dan Ku-band	61
Tabel 4.7	Parameter serapan gelombang mikro Fe ₃ O ₄ yang diberi perlakuan penggilingan dengan kecepatan 100 rpm pada pita frekuensi X-band dan Ku-band...	62
Tabel 4.8	Parameter serapan gelombang mikro Fe ₃ O ₄ yang diberi perlakuan penggilingan dengan kecepatan 150 rpm pada pita frekuensi X-band dan Ku-band...	63
Tabel 4.9	Parameter serapan gelombang mikro Fe ₃ O ₄ yang diberi perlakuan penggilingan dengan kecepatan 200 rpm pada pita frekuensi X-band dan Ku-band...	64
Tabel 4.10	Parameter Serapan Gelombang Mikro Fe ₃ O ₄ dengan Variasi Ketebalan Sampel pada Pita Frekuensi X-band dan Ku-band	67
Tabel 4.11	Parameter Serapan Gelombang Mikro Fe ₃ O ₄ dengan Ecosorb pada Pita Frekuensi X-band dan Ku-band	69

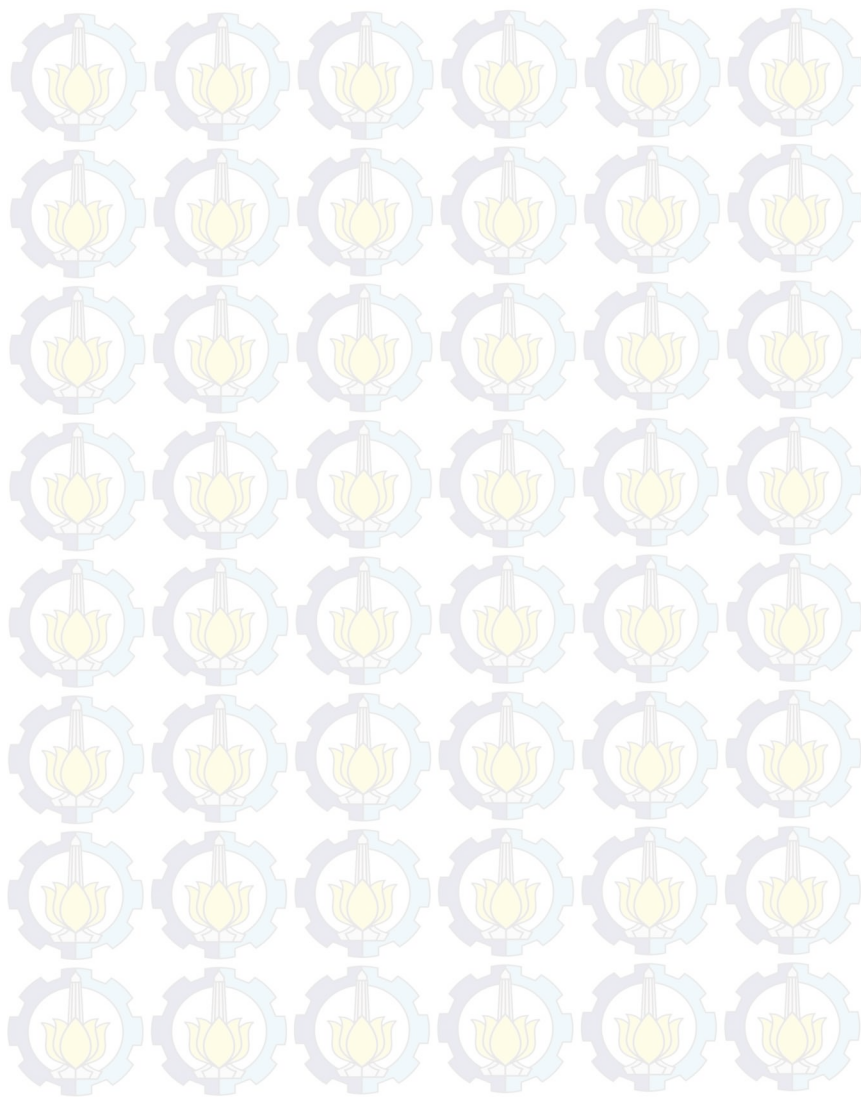
“Halaman ini sengaja dikosongkan”



DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN A	Spektrum Hasil XRF Pasir Besi Hasil Separasi.....	77
LAMPIRAN B	Hasil pengujian EDX (Energy Dispersive X-Ray) pada Pasir Besi Lumajang.....	79
LAMPIRAN C	Hasil Analisa Match untuk Sampel Pasir Besi Hasil Separasi Magnetik.....	83
LAMPIRAN D	Hasil Analisa Rietica untuk Impuritas SiO_2 dalam Setiap Perlakuan pada Pasir Besi Lumajang.....	85
LAMPIRAN D	COD Magnetit #96-101-1085.....	87

”Halaman ini sengaja dikosongkan”



BAB I

PENDAHULUAN

1. 1 Latar Belakang

Perkembangan teknologi material dalam dunia sains dan teknologi saat ini adalah pengembangan material absorber diantaranya penyerapan radar gelombang mikro serta perlindungan bahan dari gangguan gelombang elektromagnetik atau yang biasa disebut dengan *Electromagnetic Interference* (EMI) yang mampu merusak komponen, fungsi dari aplikasi elektronik serta mengganggu kesehatan tubuh manusia (Ing Kong, 2010). Sampai sekarang, material absorber ini banyak diaplikasikan sebagai bahan penyerap gelombang radar atau yang biasa dikenal sebagai *Radar Absorber Material* (RAM) karena bersifat meredam pantulan atau menyerap gelombang mikro sehingga mampu menyamarkan kendaraan atau struktur dari radar yang dipantulkan. Sehingga RAM sangat bagus bila dilapiskan pada badan pesawat, kapal selam dan banyak alat dalam bidang militer agar tidak mampu terdeteksi oleh radar yang memancarkan gelombang radar. Dengan demikian sangat berguna dalam pengembangan teknologi pertahanan Negara (Park dkk, 2005). Material absorber tersebut harus mengandung bahan yang bersifat magnetik untuk penyerapan yang optimal (Nasution, 2012). Material magnetik merupakan material yang sangat kompleks karena dapat diaplikasikan dalam berbagai kriteria seperti sifat listrik, magnetik dan optik (Rizki, 2014). Salah satu bahan magnetik tersebut antara lain material magnetit (Fe_3O_4) yang berasal dari pasir besi (Solihah, 2010).

Pasir besi merupakan pasir yang kaya akan kandungan besi (Fe) yang umumnya dalam keadaan teroksidasi dan membentuk besi oksida. Kandungan bahan magnetik terbesar dari pasir besi adalah magnetit (Fe_3O_4) (Agus Y dkk, 2003). Adapun salah satu pasir besi yang banyak mengandung kadar Fe dan magnetit (Fe_3O_4) yang cukup tinggi dan terbaik di Indonesia adalah pasir besi Lumajang, selain harganya yang cukup murah

dan mudah didapat di sepanjang pesisir sungai di daerah Lumajang maupun di toko material bangunan (Henny, 2013). Sehingga pasir besi Lumajang ini banyak digunakan untuk mendapatkan kandungan Fe_3O_4 yang cukup banyak dengan sifat kemagnetan yang tinggi dan mampu digunakan sebagai bahan penyerap gelombang mikro.

Magnetit (Fe_3O_4) atau fasa magnetite (Fe_3O_4) merupakan salah satu material yang memiliki sifat magnetik yang tinggi, kebanyakan digunakan sebagai bahan dasar penyerap gelombang mikro yang baik. Banyak sekali penelitian yang telah dilakukan untuk menciptakan bahan penyerap gelombang mikro dengan bahan dasar magnetit, seperti pembentukan partikel magnetit berorde mikro dengan menggunakan teknologi mikronisasi yaitu *spray drying* dan *milling* yang cukup sederhana menurut konsep meskipun memerlukan energi yang besar dan menghasilkan distribusi ukuran partikel yang luas (Kurniawansyah, 2008) dan pembentukan magnetit berorde nano serta dilakukan pembentukan material komposit dengan bahan polimer konduktif untuk penyerapan gelombang mikro yang cukup optimal (Nasution, 2012). Proses *milling* yaitu proses penggilingan suatu material untuk mereduksi ukuran partikel sehingga menjadi lebih kecil (Ratna Sari, 2007). Ukuran partikel magnetit mampu mempengaruhi sifat dari bahan magnetit dan penyerapan gelombang mikro (Henny, 2013).

Dalam penelitian ini untuk mendapatkan partikel magnetit (Fe_3O_4) murni dari pengotor dilakukan perlakuan proses ekstraksi pasir besi dengan menggunakan magnet permanen hingga didapatkan partikel magnetit yang menempel kuat pada magnet permanen. Proses pencucian dilakukan berulang kali menggunakan aquades untuk memperkecil jumlah pengotor yang menempel pada partikel Fe_3O_4 . Kemudian material magnetit yang didapatkan digerus dengan *Planetarry Milling* dengan beberapa variasi penggerusan yaitu kecepatan dan lama waktu proses *miling* untuk mereduksi ukuran partikel menjadi skala yang lebih kecil lagi sehingga akan mempengaruhi sifat fisis dan magnetik

dari serbuk magnetiknya. Karakterisasi akan dilakukan dengan menggunakan beberapa pengujian, yaitu *X-Ray Diffractometer* (XRD), *Scanning Electron Microscope* (SEM), *Vibrating Sample Magnetometer* (VSM) dan *Vector Network Analyzer* (VNA). Hasil keluaran dari uji *X-Ray Diffractometer* kemudian dianalisis menggunakan perangkat lunak *Match!* dan *Rietica* untuk identifikasi fasa dan komposisi fasa yang terbentuk di dalam sampel serta ukuran kristal menggunakan MAUD, hasil uji SEM digunakan untuk mengetahui struktur mikro dan bentuk butiran serbuk magnetit hasil penggerusan, uji VSM digunakan untuk mengetahui sifat kemagnetan dari bahan magnetit, sedangkan uji VNA untuk mengetahui tingkat penyerapan gelombang pada bahan magnetit.

1.2 Rumusan Permasalahan

Permasalahan pada penelitian ini adalah bagaimana pengaruh kecepatan dan waktu proses penggilingan (*milling*) terhadap ukuran kristal magnetit (Fe_3O_4) dan bagaimana pengaruh ukuran kristal terhadap sifat magnetik dan penyerapan gelombang mikro pada X dan Ku-Band.

1.3 Batasan Masalah

Pada penelitian ini, permasalahan dibatasi pada metode yang digunakan untuk reduksi ukuran partikel magnetit (Fe_3O_4) adalah penggilingan (*milling*) dengan variasi kecepatan penggilingan (100 rpm, 150 rpm dan 200 rpm) dan variasi waktu penggilingan (2 jam, 4 jam dan 6 jam) dengan pengujian penyerapan gelombang mikro pada X-Band (7-12 GHz) dan Ku-Band (12-18 GHz).

1.4 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh kecepatan dan waktu proses penggilingan (*milling*) terhadap ukuran kristal magnetit (Fe_3O_4) dan mengetahui pengaruh ukuran

kristal terhadap sifat magnetik dan penyerapan gelombang mikro pada X dan Ku-Band.

1.5 Manfaat penelitian

Hasil dari penelitian ini diharapkan dapat memberikan pemahaman tentang bagaimana cara menghasilkan bahan magnetit (Fe_3O_4) yang menghasilkan sifat magnet yang tinggi dan penyerapan gelombang yang maksimal dengan biaya produksi yang murah dan mudah sehingga mampu diaplikasikan sebagai bahan dasar dalam pembuatan bahan penyerap gelombang mikro.

1.6 Sistematika penulisan

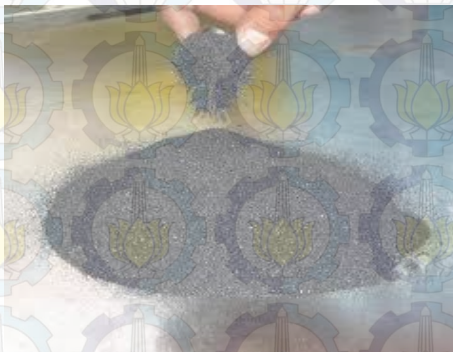
Penulisan Tugas akhir ini terdiri dari abstrak yang berisi gambaran umum dari penelitian ini. Bab I pendahuluan yang memuat latar belakang, perumusan masalah, tujuan penelitian, manfaat penelitian, serta sistematika penulisan. Bab II tinjauan pustaka berisi tentang dasar-dasar teori yang digunakan sebagai acuan dari penelitian, Bab III metodologi penelitian, Bab IV hasil penelitian dan pembahasannya, dan Bab V kesimpulan dan saran.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Pasir Besi

Pasir besi adalah mineral endapan/sedimen yang memiliki ukuran butir 0,074 – 0,075 mm, dengan ukuran kasar (5–3 mm) dan halus (< 1 mm). Di Indonesia banyak sekali ditemukan kandungan pasir besi namun kebanyakan dimanfaatkan sebagai bahan dasar bangunan seperti campuran semen dan sebagai bahan baku pembuatan baja (Solihah, 2010). Salah satu daerah penghasil pasir besi yang cukup besar terdapat di daerah Lumajang yang merupakan daerah pesisir pantai selatan di Jawa Timur. Mineral magnetik yang biasanya ditemukan dalam pasir besi adalah magnetit (Fe_3O_4) yang berasal dari senyawa variannya yaitu titanomagnetit ($\text{Fe}_{3-x}\text{Ti}_x\text{O}_4$) (Sunaryo dan Widyawidura, 2010). Karakter pasir besi Lumajang tersebut yang akan digunakan sebagai bahan dasar pembuatan partikel nano Fe_3O_4 mempunyai kadar Ferum (Fe) yang sangat tinggi, yaitu sekitar 80-90 persen. (Henny, 2013).



Gambar 2.1 Pasir Besi Lumajang (Hartono, 2014)

Pasir besi umumnya mempunyai komposisi utama besi oksida yaitu magnetit (Fe_3O_4), hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dan maghemit ($\beta\text{-Fe}_2\text{O}_3$), silikon oksida (SiO_2) serta senyawa lain dengan kadar kandungan yang lebih rendah, seperti fosfor, sulfur, aluminium (Al_2O_3), vanadium (V_2O_5) (Andra), titanium dan kromium (Hartono, 2014). Mineral utama pasir besi tersebut memiliki sifat kemagnetan yang tinggi, yaitu Fe_2O_3 dan Fe_3O_4 . Namun Fe_2O_3 memiliki interaksi yang lebih lemah di dalam medan magnet dibandingkan Fe_3O_4 (Sunaryo dan Widyawidura, 2010). Komposisi kandungan pasir besi dapat diketahui setelah dilakukan pengujian, seperti menggunakan alat uji XRD (*X-Ray Diffraction*) atau XRF (*X-Ray Fluorescence*). Sehingga dapat dilakukan modifikasi dalam suatu penelitian tersebut seperti dengan memperkecil ukuran partikelnya menjadi partikel mikro maupun nano untuk menambah nilai jual pasir besi (Solihah, 2010).

Sifat Oksida Besi

- a. Besi (II) oksida (FeO) atau biasa dikenal sebagai *wustite* dalam bentuk mineral. Bubuk oksida hitam ini dapat menyebabkan ledakan seperti mudah terbakar.
- b. Besi (III) oksida (Fe_2O_3) atau dikenal sebagai bijih besi atau *hematite* (bentuk alfa) atau *maghemite* (bentuk gamma) dalam bentuk mineral atau dikenal sebagai rouge dalam bahan kimia industri. Setelah dimurnikan, besi oksida ini digunakan sebagai lapisan dalam media audio dan komputer. Dalam lingkungan yang kering atau alkali, besi oksida ini dapat menyebabkan penghambatan pengkaratan, namun juga merupakan komponen utama karat.
- c. Besi (II, III) oksida (Fe_3O_4) atau dikenal sebagai *magnetite* atau magnet dalam bentuk mineral (Solihah, 2010).

2.2 *Magnetite* (Fe_3O_4) dan Karakteristiknya

2.2.1 Pengertian *Magnetite* (Fe_3O_4)

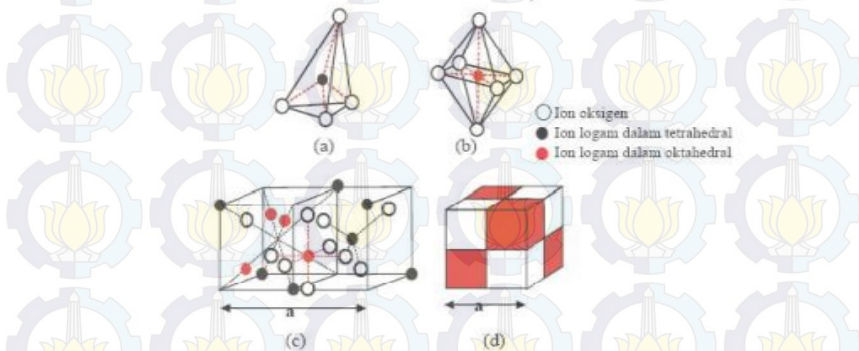
Magnetik (Fe_3O_4) atau yang biasa dikenal sebagai oksida besi hitam (*black iron oxide*) atau *ferous ferrite* merupakan oksida logam yang paling kuat sifat magnetisnya (Silvia Trisa Putri, 2011). Salah satu kelebihan magnetit yaitu absorben dimana sifat ferromagnetiknya yang mampu mengabsorb gelombang elektromagnetik melalui mekanisme kemagnetan khususnya terhadap atom-atom atau ion-ion logam yang bersifat paramagnetik (Seveny Nuzully, 2013).

Dijelaskan pula oleh Grace Tj. Sulungbudi, Mujamilah dan Ridwan (2006) bahwasanya fasa magnetite (Fe_3O_4) yang terdapat pada besi oksida memiliki sifat magnetik yang baik dan tertinggi daripada fasa lainnya sehingga dapat digunakan dalam berbagai aplikasi penyerap bahan logam maupun gelombang mikro. Optimalisasi sifat magnetik bahan oksida besi dilakukan dengan mengupayakan pembuatan bahan dengan fasa Fe_3O_4 semurni mungkin.

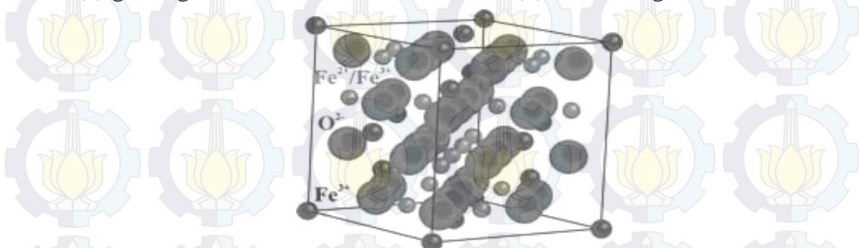
2.2.2 Struktur Kristal

Magnetit memiliki fasa kubus dan mempunyai rumus kimia Fe_3O_4 atau sering ditulis dalam bentuk FeO , Fe_2O_3 dimana satu bagian adalah wustite (FeO) dan bagian lainnya adalah hematit (Fe_2O_3). Magnetit mempunyai struktur kristal spinel dengan sel unit kubik yang terdiri dari 32 ion oksigen, dimana celah-celahnya ditempati oleh ion Fe^{2+} dan ion Fe^{3+} . Delapan ion Fe^{3+} dalam tiap sel berada pada bagian tetrahedral (a), karena berlokasi di tangan sebuah tetrahedron yang keempat sudutnya ditempati ion oksigen (Gambar 2.2a). Sisanya delapan ion Fe^{3+} dan delapan ion Fe^{2+} berada pada bagian octahedral (b), karena ion-ion oksigen disekitarnya menempati sudut-sudut sebuah oktahedron (Gambar 2.2b) yang sudut-sudutnya ditempati oleh enam atom oksigen. Tiap-tiap unit sel berisi sejumlah ion, dimana satu sel terbagi menjadi 8 oktan (kubus spinel), masing-

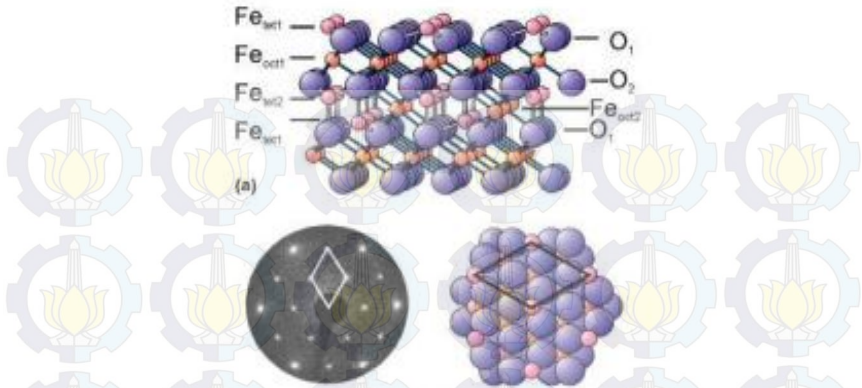
masing berukuran $a/2$ (Gambar 2.2c), empat oktan yang berarsir memiliki ukuran isi yang sama, begitu pula saat disusun dengan cara yang sama, tetrahedral di oktan tersisir dan oktahedral di oktan tidak tersisir (Gambar 2.2d). Bentuk heksagonal dari Fe_3O_4 dapat dilihat pada Gambar 2.3. (Solihah, 2010). Unit sel magnetit mengikuti pola FCC (*Face Centered Cubic*) dengan parameter kisi kristal, $a = 0.8396 \text{ nm}$. Selain itu, gambar 2.4 menunjukkan 8 satuan formula (parameter z) dalam masing-masing unit *cell* (Blaney, 2007).



Gambar 2.2 Struktur kubik ferit (Solihah, 2010), (a) posisi ion logam dalam kristal tetrahedral (A), (b) posisi ion logam dalam oktahedral (B), (c) gabungan tetrahedral dan oktahedral, (d) kubik magnet.



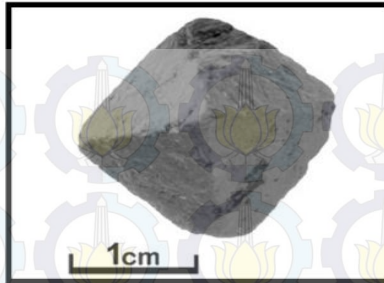
Gambar 2.3 Struktur and Unit Sel Magnetit (Lee Blaney, 2007)



Gambar 2.3 Struktur heksagonal Fe_3O_4 (Solihah, 2010). (a). Gambar sisi samping dan atas Fe_3O_4 (111).

2.2.3 Sifat Fisis

Struktur kristal magnetik alami dan buatan dalam skala mikro terlihat seperti kilauan metal dan berwarna hitam buram dalam gambar 2.5. Densitas magnetit ditetapkan sebesar $5,18 \text{ g/cm}^3$, sedikit lebih ringan dari hematit coklat-kemerahan ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$; $5,26 \text{ g/cm}^3$), sedangkan besi murni ($\alpha\text{-Fe}$) memiliki densitas sebesar $7,87 \text{ g/cm}^3$. Pada temperatur lingkungan, partikel magnetit memiliki kekerasan sebesar 5,5 yang identik terhadap gelas. Area permukaan efektif pada bahan magnetit bergantung pada metode sintesis tertentu seperti material yang dihasilkan lebih kasar atau lebih lembut. Partikel berskala mikro dengan diameter kira-kira sebesar $0,2 \mu\text{m}$ mempunyai area permukaan kira-kira sebesar $6 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$ (Blaney, 2007).



Gambar 2.5 Contoh magnetit dalam skala makro (Lee Blaney, 2007)

2.2.4 Sifat Magnetik

Temperatur Curie magnetit yang telah diteliti adalah pada suhu 850 K. Di bawah temperatur Curie, momen magnetik pada posisi tetrahedral ditempati oleh jenis ferrit yang bersifat ferromagnetik sedangkan momen magnetik pada posisi oktahedral yang ditempati oleh *ferrous* dan ferrit memiliki sifat antiferromagnetik dan saling meniadakan satu sama lain, yang demikian merupakan kombinasi sifat ferrimagnetik. Sehingga pada temperatur ruang, bahan magnetit merupakan ferrimagnetik. Ketika temperatur bertambah menuju temperatur Curie, fluktuasi termal merusak kesejajaran momen magnetik ferromagnetik pada posisi tetrahedral, sehingga kekuatan ferrimagnetik berkurang. Ketika temperatur Curie tercapai, jumlah magnetisasi menjadi nol dan sifat superparamagnetik teramati. Koersivitas yaitu besarnya medan magnet yang digunakan untuk menjadikan magnetisasi menjadi nol setelah keadaan saturasi magnet bisa dikontrol selama reaksi presipitasi sehingga nilai koersivitasnya berada pada rentang 2,4 (tipe *disk drive recording media*) sampai 20 (magnet permanen real) kAm^{-1} (Blaney, 2007)).

2.3 Penggilingan (*Ball Milling*)

Partikel Fe_3O_4 yang berasal dari pasir besi memiliki bentuk dan ukuran yang beragam. Untuk memperkecil ukuran

partikel tersebut dapat dilakukan dengan teknik konvensional seperti teknik penghancuran secara mekanis (*crusher, grinder, dll*), *micro emulsion, chemical coprecipitation, sol-gel* dan *self combustion*. Sedangkan metode preparasi yang mudah digunakan adalah metode *mechanical alloying* (penggilingan) atau biasanya dilakukan dalam lingkungan inert dalam sebuah *Ball Mill*, yaitu teknik alternatif untuk memproduksi serbuk logam maupun keramik dalam kondisi padat. Penggunaan metode ini bisa dilakukan untuk paduan dan fasa *non-equilibrium* (Khasanah, 2012).

Proses penggilingan (*Ball Milling* atau *Mechanical Alloying*) melibatkan penghalusan, penggerusan dan perusakan materi yang nantinya akan menghasilkan partikel dengan ukuran yang lebih kecil sehingga akan meningkatkan luas permukaan yang terbasahi. Proses *milling* ini melibatkan satu atau kombinasi dari ketiga gaya sekaligus yaitu gaya geser yang memfasilitasi pembelahan atau perpecahan partikel, gaya tekan untuk menghancurkan partikel serta gaya bentur/tumbukan yang merupakan gaya langsung antar partikel dengan kecepatan tinggi (Riskafuri, 2011). Energi tumbukan tinggi yang dialami partikel serbuk selama proses tersebut menyebabkan *cold weld* secara bersama dan *fracture*. (Khasanah, 2012).

Menurut Suryanarayana, proses *Mechanical Alloying* dan *milling* ini biasanya menggunakan peralatan *SPEX Shaker Mill, Planetary Ball Mill, Attritor Mill* dan *Commercial Mill*. Proses *Mechanical Alloying* yang kompleks membutuhkan optimalisasi dari beberapa variabel untuk memperoleh fasa produk dan mikrostruktur yang diharapkan. Beberapa parameter penting yang sangat berpengaruh terhadap hasil akhir produk yaitu *type of mill, milling container, milling speed, milling time, type, size, size distribution of the grinding medium, ball-to-powder weight ratio, extent of filling rotation, milling atmosphere, process control agent, temperature of milling* (Khasanah, 2012).

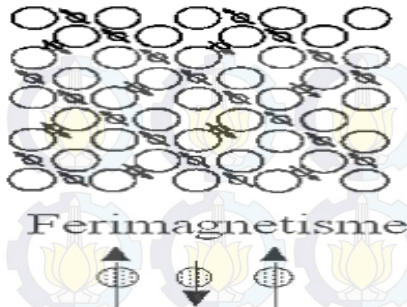
Milling time adalah salah satu parameter penting dalam proses tersebut untuk mencapai keadaan tetap (*steady state*)

antara *fracturing* dan *cold welding* partikel serbuk. *Milling time* yang dibutuhkan tergantung pada tipe alat yang digunakan, intensitas *milling*, *ball-to-powder ration*, *temperature milling*. Apabila proses *milling* terlalu lama maka tingkat kontaminasi akan meningkat dan fasa yang tidak diinginkan akan terbentuk (Khasanah, 2012).

2.4 Kurva Histerisis dan Sifat Magnetik Bahan Ferrimagnetik

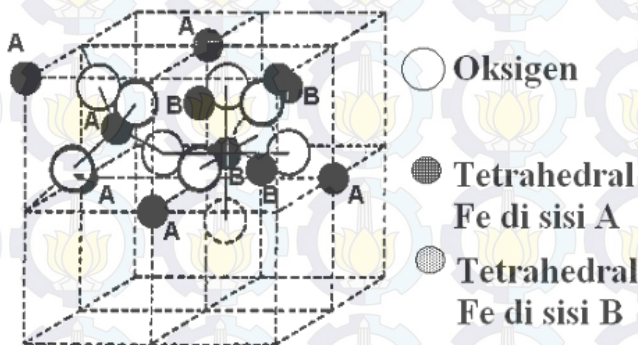
Bahan ferromagnetik banyak digunakan dalam bidang industri dan teknologi karena sifat magnetnya yang lebih kuat dari kedua jenis bahan magnet lainnya, yaitu paramagnetik dan diamagnetik. Bahan ferromagnetik ini biasanya berhubungan erat dengan unsur besi, nikel, cobalt dan mineral-mineral besi oksida. Atom-atom besi akan menghasilkan sebuah momen magnetik pada empat magneton Bohr karena subkulit 3d yang tidak terisi. Pada kisi kristal material ferromagnetik, atom-atom yang berdekatan akan saling mendekati dalam waktu yang bersamaan secara tepat sehingga beberapa orbit elektronnya akan *overlapping* dan terjadi interaksi yang kuat. Fenomena ini disebut dengan *exchange coupling* dimana momen-momen magnetik dari sebuah atom di dalam kisi terarahkan dan memberikan magnetisasi yang kuat (Sunaryo dan Widyawidura, 2010).

Dalam senyawa ionik, seperti oksida, bentuk-bentuk lebih kompleks magnetik terjadi sebagai akibat dari struktur kristal. Bahan yang sangat bersifat magnetik disebut ferrimagnetik. Gambar 2.6 menunjukkan representasi sederhana spin magnetik dalam oksida ferrimagnetik.



Gambar 2.6 Spin magnetik bahan ferrimagnetik (Henny, 2013)

Struktur magnetik terdiri dari dua magnetik sublatis (disebut A dan B) yang dipisahkan oleh oksigen. Pertukaran interaksi dimediasi oleh anion oksigen. Ketika ini terjadi, interaksi tersebut disebut interaksi tidak langsung atau *super exchange*. Kristal magnetik Fe_3O_4 dengan struktur spinel dapat dilihat dari Gambar 2.7. Struktur tetrahedral : ion Fe dikelilingi oleh empat oksigen. Struktur oktahedral : ion Fe dikelilingi enam ion Oksigen (Henny, 2013).



Gambar 2.7 Struktur spinel Fe_3O_4 (Henny, 2013)

Material ferrimagnetik atau biasa disebut ferit adalah bahan magnetik yang mempunyai sifat khas yaitu keras, rapuh, tahan terhadap panas dan zat kimia, mempunyai tahanan jenis listrik yang tinggi, sehingga banyak digunakan dalam bidang elektronika. Ferit dapat termagnetisasi secara spontan pada temperatur Curie dan bersifat paramagnetik untuk temperatur di atas temperatur Curie. Dalam fasa ferrimagnetik terbentuk domain magnetik dan terjadi hysteresis. Ferit merupakan bagian terpenting dari ferrimagnetik. Ferit adalah gabungan ion-ion dan memiliki kemampuan magnetik berasal dari ion magnetik yang disebut kation (Henny, 2013).

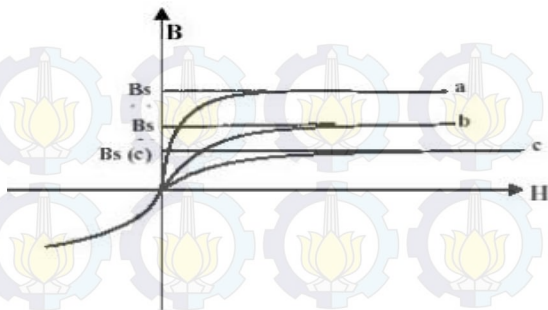
Secara internal, sifat-sifat kemagnetan (kuat dan lemahnya) suatu bahan ditentukan oleh salah satunya ukuran-ukuran bulirnya. Suatu magnet permanen akan memiliki sifat magnetik yang tinggi bila bulir-bulir serbuknya berukuran sangat kecil sehingga domain magnetik yang terdapat pada bulir tersebut mendekati domain tunggal (*single domain*) maka jumlah dipol persatuan volume yang disebut magnetisasi menjadi besar (Cullity, 1972).

Proses magnetisasi dilakukan dengan dua cara yaitu dengan interaksi dalam skala atomik dan interaksi dalam wilayah kecil yang penyejajarannya dilakukan dari wilayah satu ke wilayah berikutnya yang biasa disebut domain. Dalam satu bulir dimungkinkan terdapat satu domain dengan arah tertentu yang disebut domain tunggal atau terdapat lebih dari satu domain dengan arah medan atomik yang berbeda, biasanya disebut domain jamak (*multi domain*). Domain jamak sendiri merupakan struktur bulir yang memiliki lebih dari satu domain dengan arah yang berbeda, dimana antar domain yang satu dengan domain lainnya yang berbeda arah akan dibatasi oleh dinding domain (*domain wall*). Bulir dengan struktur domain tunggal mempunyai ukuran $< 0,1 \mu\text{m}$ dengan momen atomiknya searah yang mampu menyebabkan rotasi domain dan menghasilkan energi besar sehingga diperlukan medan yang besar untuk melakukan magnetisasi bahan magnetik (Riska Laksmi Sari, 2013).

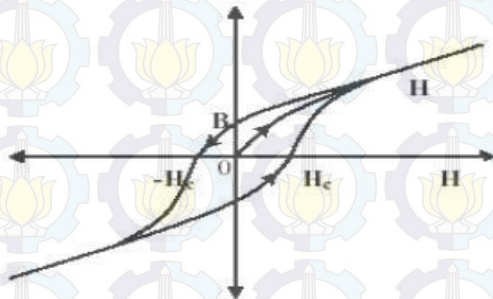
Sifat-sifat kemagnetan bahan dapat dilihat pada kurva histeresis yaitu kurva hubungan intensitas magnet (H) terhadap medan magnet (B) (Afza, 2011). Kurva histeresis pada bahan merupakan bentuk disipasi energi yang terjadi selama proses pembentukan kurva B - H . Besarnya energi yang didisipasikan pada frekuensi rendah umumnya dipengaruhi oleh porositas, ukuran grain dan impuritas. Fenomena ini dikenal sebagai refleksi histeresis yang mempunyai hubungan tidak linier antara induksi magnetik H dan magnetisasi M yang terjadi pada material. Dua parameter pentingnya yaitu saturasi magnetik dan koersivitas (Khasanah, 2012).

Gambar 2.8 (a) menunjukkan bahwa kurva tidak berbentuk garis lurus sehingga hubungan H dan B tidak linier. Dengan kenaikan harga H , mula-mula B turut naik cukup besar, tetapi mulai dari nilai H tertentu terjadi kenaikan nilai B yang kecil dan makin lama nilai B akan konstan. Saturasi magnetisasi (B_s) adalah keadaan dimana terjadi kejenuhan, nilai medan magnet B akan selalu konstan walaupun medan eksternal H dinaikkan terus (Afza, 2011). Pada Gambar 2.8 (b), setelah harga intensitas magnet $H=0$ atau dibuat negatif (dengan membalik arus lilitan), kurva B (H) akan memotong sumbu pada harga H_c . Intensitas magnet H_c (koersivitas) inilah yang diperlukan untuk membuat rapat fluks $B=0$ atau menghilangkan fluks dalam bahan, biasanya digunakan untuk membedakan magnet keras atau magnet lunak. Semakin besar gaya koersivitasnya maka semakin keras sifat magnetnya dan tidak mudah hilang kemagnetannya. Untuk menghilangkan kemagnetannya diperlukan intensitas magnet H yang besar. Bila selanjutnya harga diperbesar pada harga negatif sampai mencapai saturasi dan dikembalikan melalui nol, berbalik arah dan terus diperbesar pada harga H positif hingga saturasi kembali, maka kurva $B(H)$ akan membentuk satu lintasan tertutup yang disebut kurva histeresis (Afza, 2011).

(a)



(b)

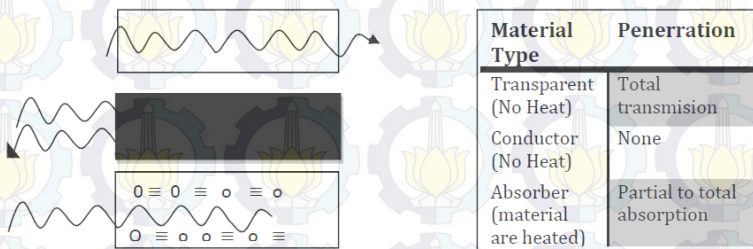


Gambar 2.8 Kurva histeresis (a) saat proses magnetisasi, (b) material magnetisasi (Afza, 2011).

Berdasarkan nilai koersivitasnya, material magnetik diklasifikasikan menjadi magnet keras ($H_c > 1 \text{ kA/m}$) dan magnet lunak ($H_c < 1 \text{ kA/m}$). Sedangkan cara untuk menghilangkan remanen magnet secara total adalah dengan membalikkan arah magnetisasi medan magnet eksternal. Bahan yang mencapai saturasi untuk harga H rendah disebut magnet lunak seperti yang ditunjukkan kurva (a) pada gambar 2.8 (a). Sedangkan bahan yang saturasinya terjadi pada harga H tinggi disebut magnet keras seperti yang ditunjukkan kurva (c) pada gambar 2.8 (a) (Khasanah, 2012).

2.5 Penyerapan Gelombang Mikro

Gelombang mikro merupakan salah satu gelombang elektromagnetik yang bekerja pada rentang frekuensi 0,3-300 GHz dengan panjang gelombang antara 1 m – 1mm. Interaksi gelombang bergantung pada jenis material seperti pada gambar 2.9 dan pembagian daerah jangkauan gelombang mikro seperti pada tabel 2.1 berikut:



Gambar 2.9 Jenis interaksi gelombang pada material (Afza, 2011).

Gelombang mikro ketika mengenai suatu bahan kemungkinan akan mengalami refleksi (pemantulan), transmisi (diteruskan) atau absorpsi (penyerapan). Bahan yang mempunyai sifat penyerap gelombang mikro disebut absorber gelombang mikro, salah satunya bahan magnetik. Bahan magnetik sendiri haruslah mempunyai kandungan momen dipol magnetik karena sangat penting untuk menjelaskan mekanisme absorpsi gelombang mikro oleh bahan tersebut (Henny, 2013). Serapan gelombang mikro terjadi akibat adanya interaksi gelombang dengan material yang menghasilkan efek *Reflection Loss Energy* yang umumnya didisipasikan dalam bentuk panas, yang bisa dipahami dengan komponen gelombang elektromagnetik ke dalam komponen elektrik dan magnetik (Afza, 2011).

Komponen magnetik yang sangat mempengaruhi penyerapan gelombang mikro adalah momen dipol magnetik. Momen dipol magnetik dalam bahan magnetik tersebut kemudian saling berinteraksi dan kemungkinan akan bertransisi (berpindah) dari satu tingkat energi rendah ke tingkat energi tinggi yang membutuhkan energi sesuai dengan masing-masing interaksi

dipol magnetik. Mekanisme penyerapan gelombang mikro secara mikroskopis diakibatkan interaksi antar dipol magnetik yang akan menghasilkan beda energi potensial yang berbeda sesuai jarak masing-masing momen dipol magnetik. Perbedaan energi potensial tersebut mengakibatkan frekuensi gelombang mikro yang dapat diserap bervariasi (Mashuri, 2012).

Tabel 2.1 Pembagian Daerah Jangkauan Gelombang Mikro

Designation	Jangkauan Frekuensi (GHz)
L	1,22 – 1,70
R	1,70 – 2,60
S	2,60 – 3,95
H	3,95 – 5,85
C	5,85 – 8,20
X	8,20 – 12,40
Ku	12,40 – 18,00
K	18,00 – 26,50
Ka	26,50 – 40,00
U	40,00 – 60,00
E	60,00 – 90,00
F	90,00 – 140,00
G	140,00 – 220,00

Secara makroskopis, terdapat dua konsep untuk memenuhi keadaan refleksi nol saat gelombang elektromagnetik mengenai suatu bahan yaitu *matched wave impedance* dan *matched characteristic impedance*. Pada *matched wave impedance*, impedansi gelombang pada permukaan absorber dibuat sebanding dengan impedansi intrinsik ruang bebas. Untuk mendapatkan daya absorpsi maksimal dilakukan dengan menyelaraskan antara ketebalan dan frekuensi, salah satunya dengan menggunakan bahan ferit. Sedangkan untuk *matched characteristic impedance*, impedansi karakteristik bahan dibuat sebanding dengan impedansi karakteristik ruang bebas. Kesesuaian impedansi tersebut digunakan untuk meminimalkan

gelombang pantul dan memperbesar gelombang yang terserap oleh bahan (Mashuri, 2012).

Ketika gelombang mikro datang secara tegak lurus dan mengalami refleksi oleh absorber lapis tunggal seperti pada gambar 2.10, sehingga koefisien refleksi dari absorber memenuhi persamaan berikut:

$$\Gamma = \frac{\frac{Z_{in}}{Z_0} - 1}{\frac{Z_{in}}{Z_0} + 1} = \frac{Z_{in} - 1}{Z_{in} + 1} \quad \text{dengan} \quad \frac{Z_m}{Z_0} = \sqrt{\frac{\mu_r}{\epsilon_r}} = Z_{in} \dots\dots(2.1)$$

dimana

$$Z_{in} = Z \tanh \gamma d \dots\dots\dots(2.2)$$

dengan Z_{in} : impedansi input yang diukur dari absorber, Z , γ , dan d adalah impedansi, konstanta propagasi dan ketebalan absorber, Z_m : impedansi bahan, Z_0 : impedansi ruang vakum $= (\mu_0/\epsilon_0)^{1/2} = 377 \Omega$. Persamaan 2.1 menunjukkan bahwa koefesien refleksi bernilai nol (gelombang elektromagnetik tidak mengalami pemantulan) jika nilai permeabilitas relative dan permivitas relative besarnya sama, $|\mu_r| = |\epsilon_r|$ atau impedansi masukan (Z_{in}) bernilai satu. Sehingga rugi refleksi (*reflection loss*, RL) fungsi Z_{in} dinyatakan sebagai berikut:

$$RL (dB) = 20 \log |\Gamma| = 20 \log \left| \frac{Z_{in} - 1}{Z_{in} + 1} \right| \dots\dots\dots(2.3)$$

Nilai RL tersebut merupakan nilai penyerapan gelombang mikro pada frekuensi dan ketebalan tertentu. Hal ini terjadi ketika nilai impedansi material dengan pancaran frekuensi yang datang *match* atau nilainya sama sehingga akan terjadi resonansi gelombang (Nastiti Elwindari, 2012). Pada frekuensi gelombang mikro, proses penyerapan energi dapat ditransferkan pada molekul-molekul yang hampir sama dengan mekanisme ohmic loss pada konduktor. Energi gelombang ditransferkan ke material dan selanjutnya akan terjadi osilasi pada molekul-molekul. Besarnya proses loss pada suatu bahan bergantung pada

loss tangen yang berasal dari bagian *imaginer* dari permeabilitas dan permeabilitas (Riska, 2013).



Gambar 2.10 Skema lapis tunggal absorber pada lempeng metal konduktor (Mashuri, 2012)

BAB III METODOLOGI

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam menyiapkan sampel pada penelitian ini adalah magnet permanen, *ball charge* (zircon), kertas map, tisu, oven, ayakan, neraca digital, klip plastik, spatula, gelas ukur, gelas beker, *Planetary Ball Mill Fritsch Pulverisette 5*. Untuk karakterisasi sampel sebelum dan sesudah proses penggilingan dipakai alat uji Difraktometer Sinar-X (XRD), *Scanning Electron Microscopy* (SEM), *Vibrating Sample Magnetometer* (VSM) dan *Vector Network Analyser* (VNA).

3.1.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah serbuk magnetit (Fe_3O_4) dari pasir besi Lumajang, larutan Aquades, larutan Aseton.

3.2 Prosedur Kerja

3.2.1 Separasi Sampel Fe_3O_4 dari Pasir Besi Lumajang

Pasir besi Lumajang diayak terlebih dahulu untuk memisahkan pasir besi yang berukuran kecil dengan batu kerikil. Kemudian pasir dimurnikan dari pengotor menggunakan aquades. sebanyak 5 kali lalu dikeringkan dengan bantuan sinar matahari untuk menghilangkan kadar air pada pasir serta menghindari kehilangan sifat kemagnetan apabila disangrai. Pasir besi kemudian diekstrak untuk memisahkan bahan magnetit (Fe_3O_4) dari bahan non magnetik yang terkandung dalam pasir besi. dengan menggunakan magnet permanen untuk mendapatkan bahan yang tertarik paling kuat oleh magnet. Magnet ditempelkan pada satu sisi bagian kertas map setebal 0,1 cm dan pasir besi ditempelkan pada bagian sisi lain kertas map lalu magnet digosok-gosokkan hingga didapatkan serbuk besi yang memiliki sifat magnet tinggi, yaitu yang menempel sangat kuat pada kertas.

Dilakukan pengulangan ekstraksi sebanyak 10 kali lalu dicuci dengan aquades sebanyak 5 kali untuk menghilangkan pengotor yang mungkin menempel pada serbuk magnetit dan dikeringkan kembali di bawah sinar matahari.

Karakterisasi serbuk hasil sintesis dilakukan dengan uji XRF untuk menentukan kandungan unsur dan uji difraksi sinar-X untuk memastikan bahwa bahan pasir besi tersebut mempunyai kandungan fasa Fe_3O_4 yang dominan. Dari hasil uji difraksi sinar-X diperoleh informasi berupa komponen fasa yang terbentuk. Setelah itu hasil uji difraksi sinar-X dianalisis dengan *software Match* untuk menentukan fasa magnetik yang terdeteksi, Rietica untuk menentukan komposisi fasa dan MAUD (*Material Analysis Using Diffraction*) untuk mengetahui ukuran kristal yang terbentuk. Selain itu karakterisasi juga dilakukan dengan uji SEM (*Scanning Electron Microscopy*) untuk mengetahui bentuk morfologi dari serbuk magnetit (Fe_3O_4) yang terbentuk.

3.2.2 Variasi Ukuran Partikel Fe_3O_4 pada Proses Penggilingan

Setelah diperoleh ekstraksi sampel magnetit (Fe_3O_4), dilakukan proses penggilingan (*milling*) untuk mereduksi ukuran partikel Fe_3O_4 menjadi lebih kecil. Serbuk magnetit (Fe_3O_4) ditimbang pada neraca digital seberat 15 gram dan disiapkan sampel sebanyak 9 buah. Dilakukan proses penggilingan dengan perbandingan sampel : Alkohol : *Ball charge* masing-masing sebesar 1:5/3:5 sehingga untuk sampel Fe_3O_4 seberat 15 gr dibutuhkan alkohol sebanyak 25 ml sebagai pelarut non-polar serta dibutuhkan *ball charge* seberat 75 gram atau sebanyak 25 bola dengan berat masing-masing 3 gram. Semua bahan dimasukkan ke dalam *vial* atau *jar* (tempat sampel pada alat *Ball Mill*) yang dipasangkan pada alat *Planetary Ball Mill Fritsch Pulverisette 5* bertemperatur ruang (37°C) untuk proses penggilingan.

Proses penggilingan dilakukan dengan menaruh sampel pada tempat *Planetary Ball Mill Fritsch Pulverisette*,

menutupnya dan melakukan *set up* alat tersebut dengan menekan tombol kecepatan, waktu penggilingan sesuai dengan yang diinginkan. Pertama dilakukan *setting* alat dengan menekan tombol kecepatan sebesar 100 rpm dan ditekan tombol waktu *milling* selama 60 menit, lalu di tekan tombol *milling* untuk memulai proses penggilingan. Ditunggu hingga proses selesai sesuai dengan tujuan yang diinginkan. Proses tersebut dilakukan berulang-ulang dengan variasi proses penggilingan yaitu waktu penggilingan dan kecepatan penggilingan. Masing-masing kecepatan penggilingan sebesar 100 rpm, 150 rpm dan 200 rpm serta waktu penggilingan pada masing-masing kecepatan sebesar 2, 4, dan 6 jam. Pemberian kecepatan yang tinggi dalam waktu yang lama namun di bawah 10 jam ini dikarenakan saat proses penggilingan di atas 10 jam tidak akan menghasilkan partikel yang semakin kecil lagi karena sudah mencapai saturasi reduksi maksimal dan akan terjadi penggumpalan (aglomerasi) bila diteruskan (Msomi, 2013). Proses penggilingan ada jeda waktu henti (*pause*) 30 menit setelah proses penggilingan berlangsung selama 1 jam. Setelah selesai proses tersebut, sampel hasil penggilingan dimasukkan ke dalam gelas kimia untuk dilakukan proses pengeringan menggunakan *oven* pada suhu 130 °C selama 5 jam hingga kering. Ditimbang kembali berat akhir dari hasil penggilingan. Kemudian diambil sedikit sampel untuk dilakukan kembali pengujian Difraksi Sinar-X (XRD) dan SEM untuk setiap sampel yang telah dilakukan proses penggilingan untuk mengetahui perbedaan ukuran dan fasa yang terjadi dari partikel Fe_3O_4 sebelum proses penggilingan dan setelah proses penggilingan.



Gambar 3.1 *Planetary Ball Mill Fritsch Pulverisette 5* di Laboratorium Fisika Keramik

3.3 Metode Karakterisasi

3.3.1 Karakterisasi Komposisi Unsur pada Magnetit (Fe_3O_4) dengan XRF

Karakterisasi dengan X-Ray Fluorocencies (XRF) ini sangat diperlukan karena sampel berupa pasir besi yang digunakan pada penelitian ini berasal dari bahan alam, sehingga perlu adanya konfirmasi impuritas yang mungkin terdapat pada sampel pasir besi. XRF merupakan pengujian yang tidak merusak dan berfungsi untuk menganalisa komposisi kimia yang terkandung dalam suatu sampel dengan menggunakan metode stoikiometri. XRF pada umumnya digunakan untuk menganalisis mineral dan bebatuan. Analisis digunakan secara kualitatif maupun kuantitatif. Analisis kualitatif dilakukan untuk menganalisis jenis unsur yang terkandung dalam bahan dan analisis kuantitatif dilakukan untuk menentukan konsentrasi unsur dalam bahan. XRF (X-Ray Fluorocencies) bertujuan untuk memperoleh data kualitatif unsur-unsur yang terkandung di dalam sampel dan juga persen beratnya. XRF dilakukan di Malang.

3.3.2 Karakterisasi Komposisi Fasa, Struktur dan Ukuran Kristal Serbuk Magnetit (Fe_3O_4) dengan XRD

Sinar-X merupakan radiasi gelombang elektromagnetik transversal dengan daerah panjang gelombang 0,1–1000 Å yang terdiri dari partikel tidak bermuatan (Beiser, 1995). Sinar-X dapat terbentuk bilamana suatu logam sasaran ditembak dengan berkas elektron berenergi tinggi. Dalam eksperimen digunakan sinar-X yang monokromatis. Kristal akan memberikan hamburan yang kuat jika arah bidang kristal terhadap berkas sinar-X (sudut θ) memenuhi persamaan Bragg, seperti ditunjukkan dalam persamaan 3.1 (Callister, 2003).

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad \dots\dots\dots 3.1$$

dengan:

n = orde (0, 1, 2, 3, ...),

λ = panjang gelombang sinar-X yang digunakan,

d = jarak antar bidang kristal,

θ = sudut sinar datang



Gambar 3.2 Alat uji XRD Philips X'Pert MPD (*Multi Purpose Diffractometer*) di Laboratorium XRD LPPM.

Karakterisasi serbuk hasil ekstraksi Fe_3O_4 dengan magnet permanen sebelum dan sesudah proses penggilingan dilakukan dengan uji difraksi sinar-X untuk mengetahui kandungan fasa

yang terdapat pada material uji dan perubahan ukuran butir kristal akibat proses penggilingan. Pengujian ini dilakukan di Laboratorium XRD *Research Center* LPPM ITS menggunakan *Philips X-Pert Multi Purpose Diffractometer System* dengan anode Cu, tipe PW 3773/00 Cu LFF, tegangan 30 kV dengan arus 40 watt. Sampel berupa serbuk magnetit ditempatkan pada tempat pengujian sampel pada mesin XRD lalu ditembakkan gelombang sinar Cu-K α pada sampel. Dari hasil uji Difraksi Sinar-X ini akan diperoleh data berupa puncak-puncak difraksi pada sudut tertentu (posisi 2θ) dan intensitas. Data hasil uji XRD tersebut dapat digunakan untuk mengidentifikasi fasa didasarkan pada pencocokan data menggunakan software *Match!*, mengetahui komposisi fasa menggunakan Rietica dan menghitung ukuran kristal menggunakan MAUD.

3.3.3 Karakterisasi Bentuk Morfologi Serbuk Magnetit (Fe_3O_4) dengan SEM

SEM adalah salah satu jenis mikroskop elektron yang menggunakan berkas elektron untuk menggambar profil permukaan benda. Prinsip kerja SEM adalah menembakkan berkas elektron berenergi tinggi pada permukaan benda. Permukaan benda yang dikenai berkas akan memantulkan kembali berkas tersebut atau menghasilkan elektron sekunder ke segala arah. Pantulan elektron-elektron sekunder, elektron-elektron terhambur dan radiasi sinar-X karakteristik akan memberikan informasi tentang keadaan sampel seperti bentuk permukaan (morfologi) dan komposisi kimia yang terkandung dalam material (jika dihubungkan dengan alat EDX). Tetapi akan ada satu arah dimana berkas dipantulkan dengan intensitas tinggi. Detektor di dalam SEM mendeteksi dan menentukan lokasi berkas yang dipantulkan dengan intensitas tertinggi. Arah tersebut memberi informasi profil permukaan benda seperti seberapa landai dan ke mana arah kemiringan.

Sampel berupa serbuk magnetit sebelum dan sesudah proses penggilingan sebelumnya dipreparasi dahulu untuk

mendapatkan sampel yang dapat diuji menggunakan SEM. Selanjutnya sampel yang telah dipreparasi diletakkan di suatu lempengan uji plat logam tempat sampel. Sampel kemudian *dicoating* menggunakan lapisan emas sehingga saat material disinari energi tinggi, elektron dapat dengan tepat mengenai permukaan sampel, topografi, serta komposisi dari sampel yang memiliki konduktivitas listrik. Penampakan tiga dimensi dari bayangan yang diperoleh berasal dari kedalaman yang besar yang mampu ditembus oleh medan SEM seperti efek bayangan sekunder. Pengujian ini dilakukan di Laboratorium SEM, Laboratorium Energi LPPM Gedung Robotika ITS.

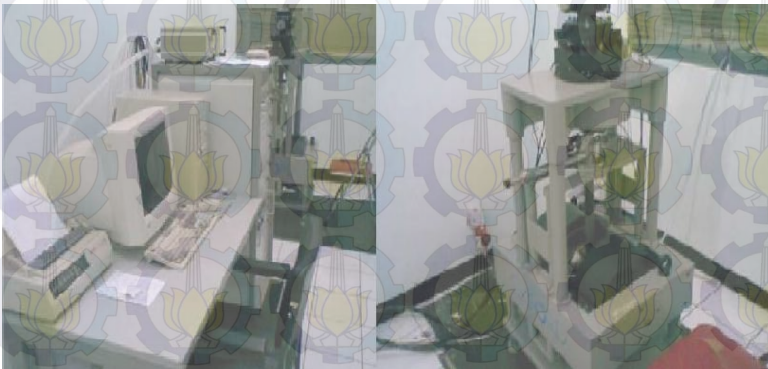


Gambar 3.3 Alat uji SEM (Scanning Electron Microscope) JEOL JSM-5310 LV

3.3.4 Karakterisasi Sifat Magnetik pada Serbuk Magnetit (Fe_3O_4) dengan VSM

Pengujian sifat magnetik dari semua serbuk magnetit sebelum dan sesudah proses penggilingan dilakukan dengan menggunakan alat uji VSM (*Vibrating Sample Magnetometer*). Semua sampel dipreparasi terlebih dahulu untuk mendapatkan

sampel uji yang sesuai hingga mampu dikarakterisasi oleh alat VSM. Pengujian dilakukan menggunakan VSM tipe OXFORD VSM 1.2 H di laboratorium magnetik bidang zat mampat, BATAN. Informasi yang didapatkan berupa besaran-besaran sifat magnetik sebagai akibat perubahan medan magnet luar yang digambarkan dalam kurva histeresis. Kurva magnetisasi suatu bahan sebagai fungsi suhu maupun sebagai fungsi medan luar sehingga dapat ditentukan fasa magnetik bahan, suhu transisi magnetik dan konstanta anisotropik bahan.



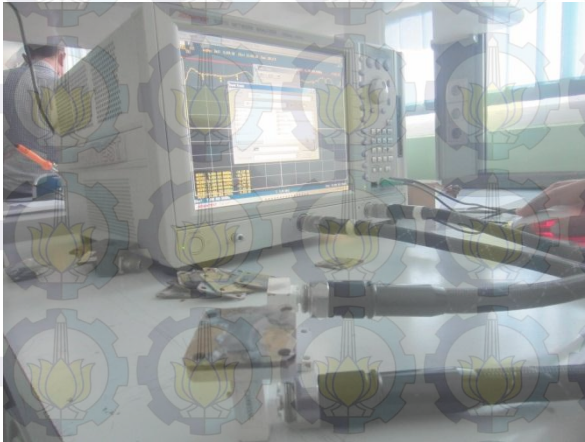
Gambar 3.4 Alat uji VSM tipe OXFORD VSM 1.2 H di Laboratorium Magnetik Bidang Zat Mampat, BATAN.

3.3.5 Karakterisasi Penyerapan Gelombang Mikro pada Serbuk Magnetit (Fe_3O_4) dengan VNA

Sifat absorpsi material merupakan sifat material dalam menyerap gelombang elektromagnetik yang dipancarkan oleh pemancar gelombang pada rentang frekuensi tertentu. Karakterisasi sifat absorpsi ini dilakukan dengan menggunakan Advantest R-3770 VNA (*Vector Network Analyzer*) 300 KHz-20 KHz yang tujuannya untuk mengukur nilai absorpsi serbuk magnetit dan juga nilai *reflection loss*. Cara kerja alat ini yaitu

dengan melihat nilai refleksi, transmisi dan absorpsi yang diterima oleh probe adapter. Pengujian sifat penyerapan gelombang mikro ini dilakukan di Laboratorium PPET (Pusat Penelitian Elektronika Terapan) LIPI Bandung. Pengujian dilakukan untuk semua sampel baik tanpa perlakuan maupun dengan perlakuan penggilingan yang berbeda-beda.

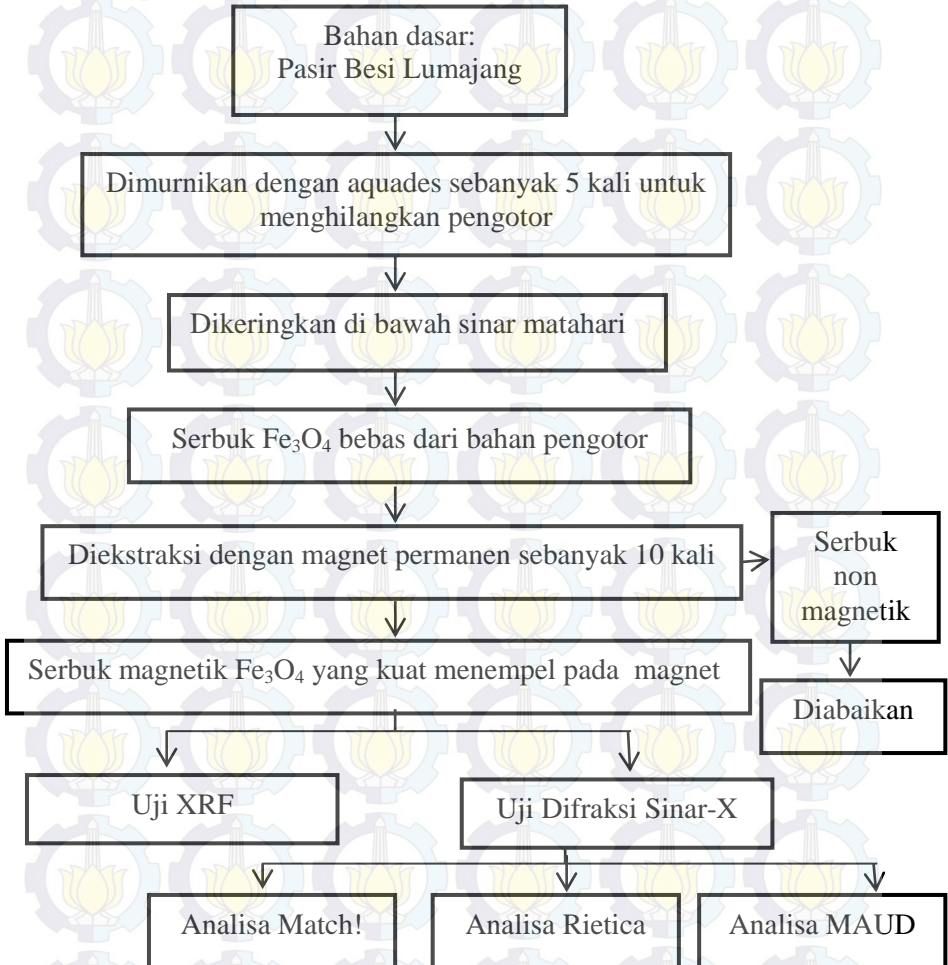
Sampel yang diletakkan pada cetakan yang terbuat dari aluminium dan kertas karton dengan ukuran 40 mm x 40 mm serta cetakan dibuat dengan ketebalan 4 mm. *Reflection loss* adalah besarnya redaman yang diakibatkan oleh proses refleksi atau pemantulan gelombang elektromagnetik yang mengenai sampel tersebut.



Gambar 3.5 Seperangkat alat VNA Type ADVANTEST R3770

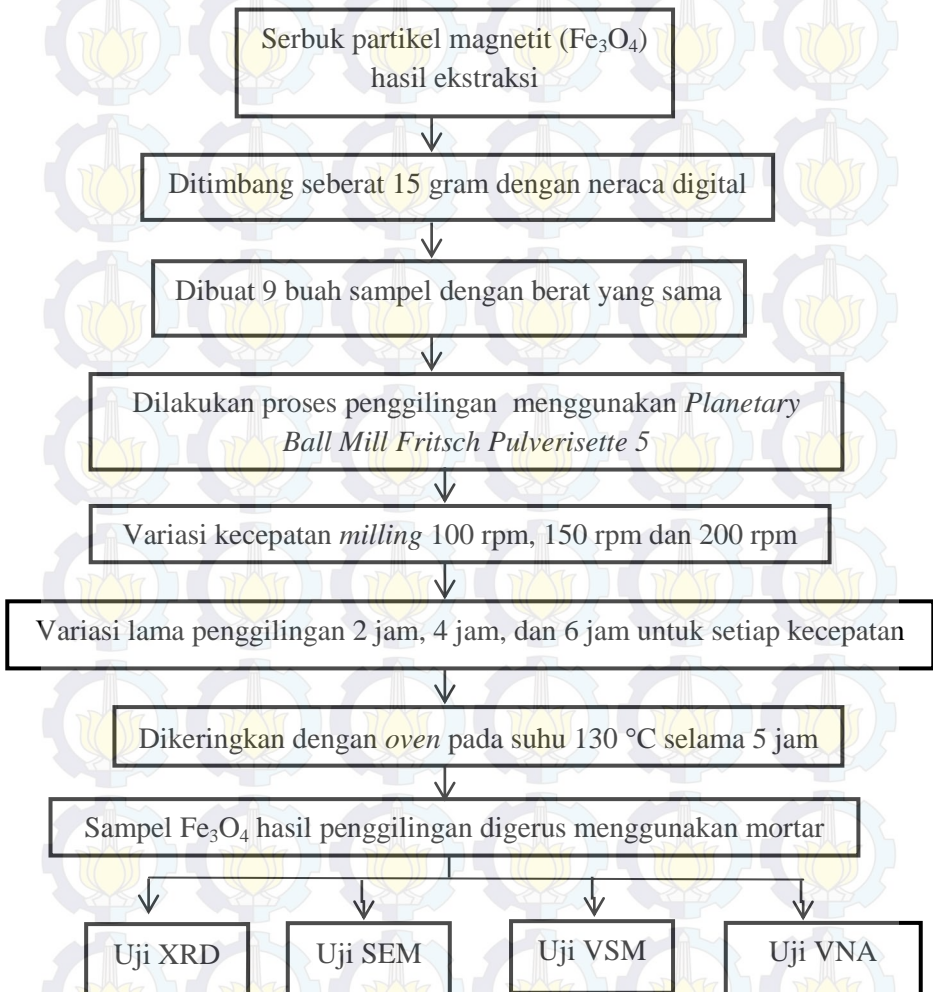
3.4 Diagram Alir Penelitian

3.4.1 Separasi Sampel Fe_3O_4 dari Pasir Besi Lumajang



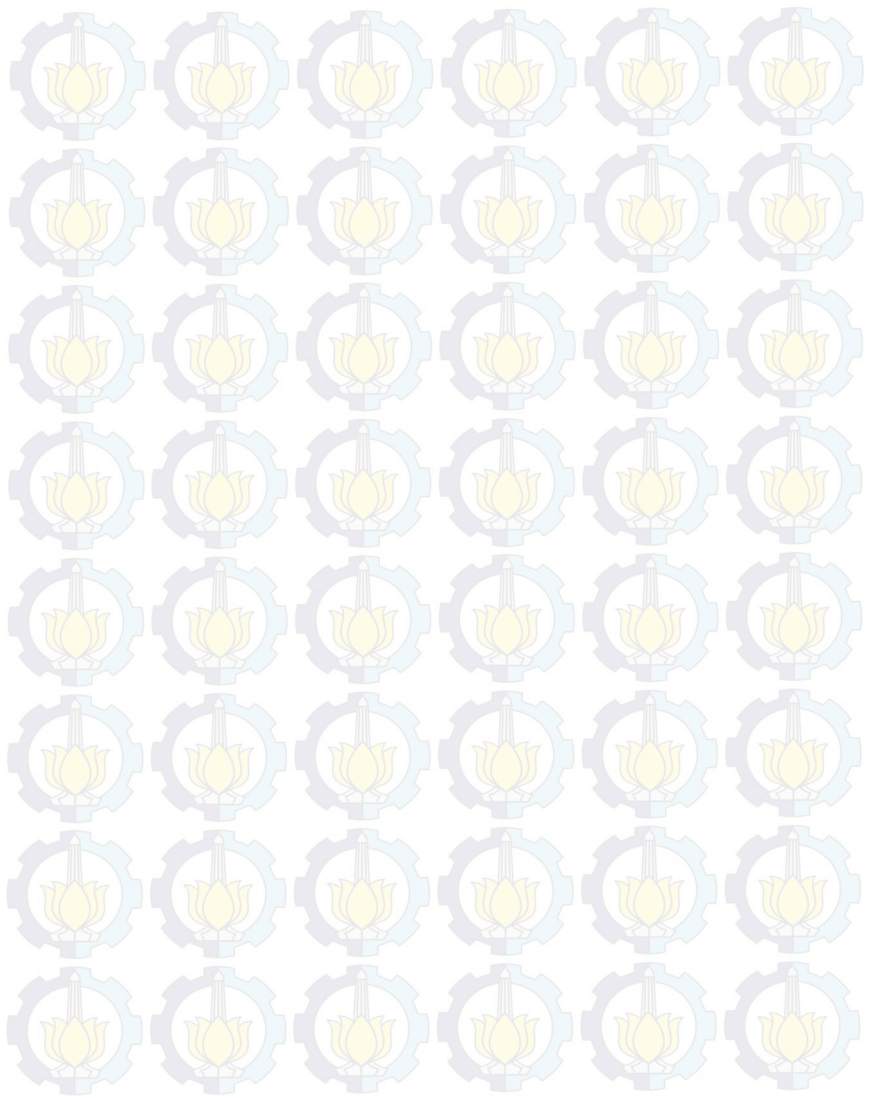
Gambar 3.6 Diagram alir Separasi Sampel Fe_3O_4 dari Pasir Besi Lumajang

3.4.2 Variasi Ukuran Partikel Fe_3O_4 pada Proses Penggilingan



Gambar 3.7 Diagram alir variasi ukuran partikel Fe_3O_4 pada proses penggilingan

“Halaman ini sengaja dikosongkan”



BAB IV

ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN

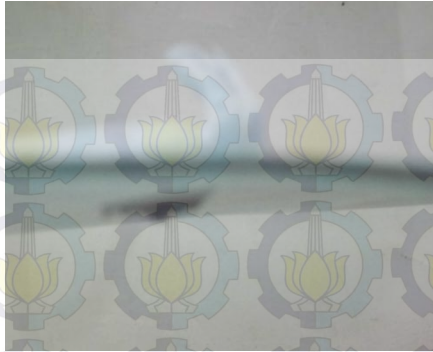
Pada bab ini akan dibahas pengaruh kecepatan dan waktu proses penggilingan terhadap ukuran kristalin, sifat kemagnetan dan penyerapan gelombang mikro pada magnetit yang berasal dari pasir besi Lumajang.

4.1 Hasil Separasi Sampel Magnetit (Fe_3O_4) dari Pasir Besi Lumajang

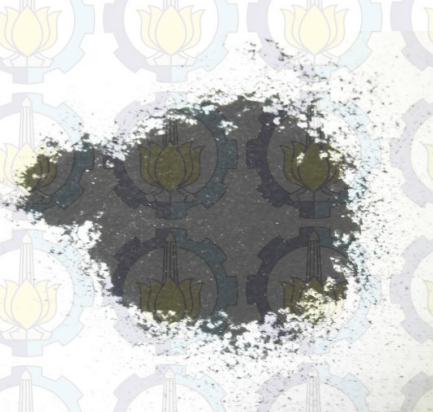
Pada penelitian ini, bahan dasar magnetit berasal dari pasir besi Lumajang. Pasir besi ini diproses dengan beberapa tahap yaitu diayak, dicuci, dikeringkan, diekstraksi dengan magnet permanen, dicuci kembali dan dikeringkan. Gambar 4.1 sampai Gambar 4.3 merupakan hasil proses separasi magnetit dari pasir besi Lumajang. Pasir besi yang mengandung unsur Fe (besi) tertarik dan menempel pada kertas map yang ditempelkan pada magnet permanen tersebut mengindikasikan sifat kemagnetan yang dimilikinya tinggi dan kuat karena pada dasarnya bahan yang mengandung sifat magnetik akan tertempel pada magnet jika didekatkan, salah satunya bahan magnetit (Fe_3O_4). Sehingga dari hasil ekstraksi berulang-ulang tersebut didapatkan pasir besi yang memiliki sifat kemagnetan tinggi dengan kandungan magnetit yang cukup besar.



Gambar 4.1 Pengeringan pasir besi setelah disaring dan dicuci menggunakan aquades



Gambar 4.2 Proses separasi pasir besi menggunakan magnet permanen



Gambar 4.3 Hasil separasi magnetit sebanyak 10 kali

4.2 Hasil Proses Penggilingan dengan Variasi Kecepatan dan Waktu Penggilingan

Sampel yang telah diekstraksi diproses kembali menggunakan metode penggilingan (*milling*) dengan variasi kecepatan penggilingan 100 rpm, 150 rpm dan 200 rpm serta waktu penggilingan 2 jam, 4 jam dan 6 jam. Hasil proses penggilingan terlihat pada Gambar 4.4 dan Gambar 4.5. Dari proses penggilingan ini diperoleh campuran magnetit dan alkohol yang berwarna hitam keabu-abuan dengan ukuran yang relatif kecil dari ukuran semula. Warna hitam keabu-abuan ini

diakibatkan oleh adanya larutan polar yang mempengaruhi perubahan warna pada magnetit yang semula berwarna hitam pekat menjadi hitam keabu-abuan, serta adanya perubahan ukuran partikel yang lebih kecil akibat dari kombinasi ketiga gaya sekaligus yaitu gaya geser yang memfasilitasi pembelahan atau perpecahan partikel, gaya tekan untuk menghancurkan partikel serta gaya tumbukan yang merupakan gaya langsung antar partikel dengan kecepatan tinggi (Riskafuri, 2011). Energi tumbukan tinggi yang dialami oleh partikel serbuk selama proses penggilingan tersebut menyebabkan *cold weld* secara bersama dan *fracture* (patah dan retak) (Khasanah, 2012). Sehingga dengan adanya gaya-gaya yang bekerja selama proses penggilingan tersebut mampu merubah ukuran partikel yang semula besar menjadi lebih kecil.

Sampel yang telah digiling dan dioven berupa gumpalan padat magnetit karena alkohol yang bercampur hilang, dengan warna hitam keabu-abuan. Proses penumbukan gumpalan menghasilkan serbuk magnetit yang berukuran lebih kecil daripada sebelum dilakukan proses penggilingan serta memiliki tekstur yang kecil dan lembut. Dari hasil penggilingan yang dilakukan diketahui bahwa saat dilakukan proses penggilingan dengan kecepatan yang semakin besar dan dalam waktu yang lama, warna magnetit akan berubah menjadi lebih keabu-abuan dengan tekstur yang lebih halus dan lembut serta memiliki ukuran yang lebih kecil yang akan mempunyai luas permukaan yang lebih besar sehingga partikel akan lebih reaktif terhadap pengaruh lingkungan sekitarnya (Ari Handayani dkk, 2013). Hal ini dikarenakan proses tumbukan yang semakin cepat dan dalam waktu yang lama akibat gaya-gaya yang bekerja dan memungkinkan terjadinya reaksi kimia (*mechanochemistry*) pada serbuk (Ari Handayani dkk, 2013) yang menyebabkan perubahan bentuk, ukuran dan warna magnetit. Luasan permukaan yang bereaksi akan semakin besar dan mudah tereduksi saat bertumbukan satu sama lainnya.



Gambar 4.4 Sampel magnetit yang akan digiling dalam *jar*



(a)



(b)

Gambar 4.5 (a) Sampel magnetit setelah digiling dengan kecepatan 100 rpm selama 2 jam, dan (b) Sampel magnetit yang telah dikeringkan dan dihaluskan

4.3 Identifikasi Fasa dan Mikrostruktur

4.3.1 Identifikasi X-Ray Fluorocencies (XRF)

Pada penelitian yang dilakukan ini, identifikasi unsur melalui pengujian XRF pada sampel magnetit yang berasal dari

pasir besi hasil ekstraksi yang belum digiling. Adapun hasil XRF sampel tersebut dapat dilihat pada Tabel 4.1. Berdasarkan pada tabel 4.1 dapat diketahui bahwasanya terdapat banyak sekali unsur penyusun pasir besi Lumajang, salah satunya unsur besi (Fe) yang sangat dominan diantara unsur pembentuk lain yang teridentifikasi pada pengujian XRF tersebut, dengan komposisi Fe sebesar 82,63 wt%.

Tabel 4.1 Hasil uji XRF pasir besi (*iron sand*)

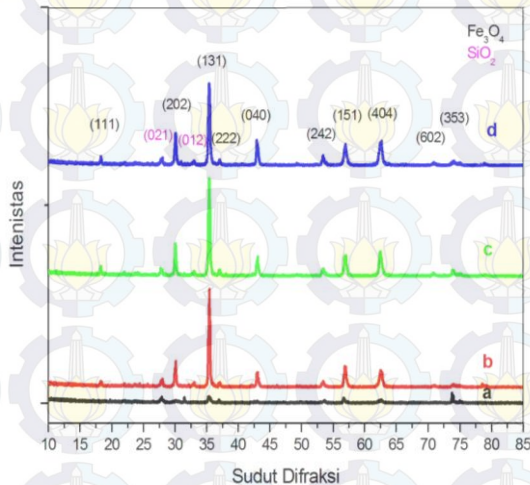
Senyawa	Komposisi (%)
Fe	$82,63 \pm 1,08$
Ti	$5,53 \pm 0,02$
Si	$3,40 \pm 0,10$
Al	$2,00 \pm 0,40$
Ca	$1,97 \pm 0,01$
Ni	$1,73 \pm 0,03$
V	$0,55 \pm 0,05$
Eu	$0,50 \pm 0,04$
Mn	$0,48 \pm 0,01$
K	$0,42 \pm 0,01$
Rb	$0,41 \pm 0,02$
Re	$0,30 \pm 0,02$
Br	$0,29 \pm 0,03$
Cu	$0,20 \pm 0,01$
Zn	$0,12 \pm 0,01$
P	$0,10 \pm 0,02$
Cr	$0,10 \pm 0,01$

Senyawa Fe yang ada di alam bebas akan membentuk senyawa oksida utama diantaranya Fe_3O_4 (magnetit), $\alpha\text{-Fe}_3\text{O}_4$ (hematit), $\beta\text{-Fe}_3\text{O}_4$ (maghenit) dan $\text{Fe}_{3-x}\text{Ti}_x\text{O}_4$ (titanomagnetite). Namun, dari hasil XRF ini masih terdapat impuritas (pengotor) seperti Ti, Si, Al, Ca, Ni, dsb. Hal ini masih bersifat normal dikarenakan sampel yang digunakan berasal dari bahan alam yang

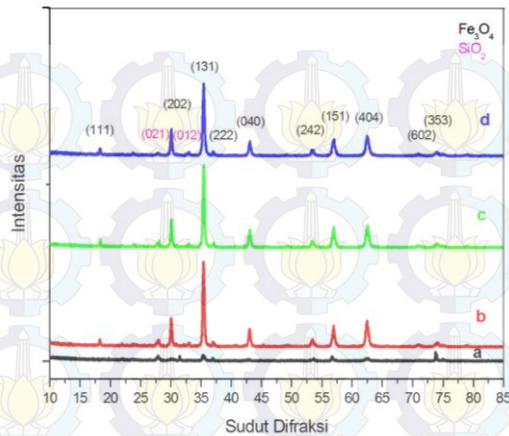
belum diberi perlakuan khusus seperti perlakuan fisika maupun kimia. Jumlah impuritas yang cukup sedikit dibandingkan dengan kandungan Fe tersebut bisa dikatakan bahwa sampel pasir besi yang digunakan memiliki kemurnian kadar Fe yang cukup tinggi.

4.3.2 Identifikasi Difraktometer Sinar-X (XRD)

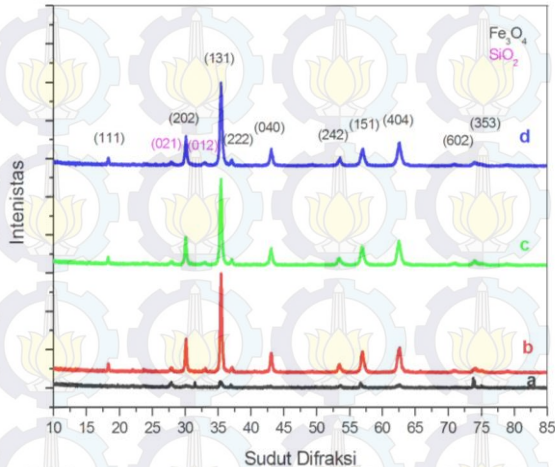
Pada penelitian ini, pengujian difraktometer sinar-X (XRD) untuk sampel pasir besi sebelum diproses penggilingan dan pasir besi yang diproses penggilingan dengan variasi waktu penggilingan (2 jam, 4 jam dan 6 jam) untuk setiap kecepatan yang diberikan yaitu sebesar 100 rpm, 150 rpm dan 200 rpm didapatkan hasil berupa pola-pola difraksi seperti ditunjukkan pada Gambar 4.6-4.11. Terdapatnya puncak-puncak difraksi pada sudut difraksi (2θ) tersebut menunjukkan adanya fasa kristalin pada semua sampel pasir besi, sedangkan tinggi dan lebar puncak difraksi mengindikasikan ukuran kristal fasa pada sampel.



Gambar 4.6 Pola XRD (Cu-K α) secara berurutan dari bawah : (a) Pasir besi tanpa digiling, (b) digiling dengan kecepatan 100 rpm selama 2 jam, (c) digiling dengan kecepatan 100 rpm selama 4 jam dan (d) digiling dengan kecepatan 100 rpm selama 6 jam



Gambar 4.7 Pola XRD ($\text{Cu-K}\alpha$) secara berurutan dari bawah : (a) Pasir besi tanpa digiling, (b) digiling dengan kecepatan 150 rpm selama 2 jam, (c) digiling dengan kecepatan 150 rpm selama 4 jam dan (d) digiling dengan kecepatan 150 rpm selama 6 jam



Gambar 4.8 Pola XRD ($\text{Cu-K}\alpha$) secara berurutan dari bawah : (a) Pasir besi tanpa digiling, (b) digiling dengan kecepatan 200 rpm selama 2 jam, (c) digiling dengan kecepatan 200 rpm selama 4 jam dan (d) digiling dengan kecepatan 200 rpm selama 6 jam

Dari pada Gambar 4.6-48 yang merupakan pola XRD sampel yang mengalami perlakuan penggilingan dengan variasi kecepatan dan waktu penggilingan diketahui bahwasanya terdapat puncak-puncak difraksi pada sudut difraksi (2θ) yang sama untuk semua sampel dengan tiga puncak tertinggi berada pada sudut difraksi (2θ) sebesar 30° , 35° dan 62° . Untuk mengetahui puncak-puncak tersebut dimiliki oleh fasa apa dilakukan analisa kualitatif data XRD menggunakan software *Match!*. Berdasarkan analisa kualitatif hasil data XRD menggunakan software *Match!* untuk mengetahui fasa yang terkandung dalam sampel, diketahui bahwasanya data puncak difraksi hasil pengujian XRD untuk semua sampel memiliki kecocokan dengan fasa *Magnetite* (Fe_3O_4) dengan kode PDF #96-101-1085 dan SiO_2 dengan kode PDF #96-900-6291, sehingga dapat dikatakan semua sampel tersebut memiliki fasa yang sama yaitu magnetit dan SiO_2 . Adapun posisi 2θ dari puncak difraksi magnetit (PDF #96-101-1085) seperti pada Tabel 4.2 sebagai berikut:

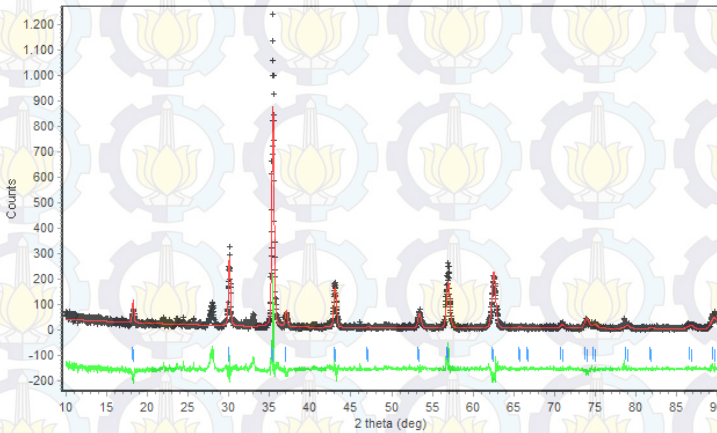
Tabel 4.2 Posisi 2 theta dari Puncak Difraksi Magnetit (PDF #96-101-1085)

No.	Posisi [$^\circ 2\theta$]	Bidang Kristal (hkl)
1	18,32	(111)
2	30,00	(202)
3	35,99	(131)
4	37,00	(222)
5	43,03	(040)
6	53,39	(242)
7	56,85	(151)
8	62,49	(404)
9	70,88	(602)
10	73,92	(353)

Pola XRD pada Gambar 4.6 – 4.8 tersebut menunjukkan bahwasanya sampel yang belum digiling dan setelah digiling dengan variasi kecepatan dan waktu penggilingan tidak mempengaruhi komposisi fasa yang terkandung dalam sampel, artinya tidak terbentuk fasa baru akibat perlakuan penggilingan yang semakin cepat dan dalam waktu yang lama karena semua sampel mengandung fasa yang sama yaitu fasa magnetit. Sehingga dengan perlakuan mekanik berupa penggilingan sampel ini tidak mempengaruhi perubahan fasa magnetit pada sampel. Ciri khas dari sampel yang mempunyai fasa magnetit adalah mempunyai intensitas tertinggi berada pada sudut difraksi 2θ adalah 35° (Sun dkk, 2006 dalam Riska, 2013).

Berdasarkan hasil analisa kualitatif menggunakan *Match!* yang menunjukkan adanya fasa lain (impuritas) yang terkandung dalam pasir besi selain magnetit yaitu SiO_2 , maka kemudian dilakukan analisa kuantitatif menggunakan Rietica untuk menentukan komposisi fasa masing-masing dalam suatu material. Analisa Rietica ini menggunakan persamaan Rietveld dengan cara penghalusan (*refinement*) puncak-puncak pola difraksi sehingga didapatkan hasil kecocokan model dengan data XRD. Model yang digunakan untuk sampel tanpa perlakuan penggilingan, sampel dengan perlakuan penggilingan pada kecepatan 100 rpm untuk variasi waktu 2 jam, 4 jam dan 6 jam, perlakuan penggilingan dengan kecepatan 150 rpm selama 4 jam dan 6 jam serta perlakuan penggilingan dengan kecepatan 200 rpm selama 2 jam dan 6 jam adalah model magnetit dengan COD 9007706 yang memiliki struktur kubik dengan parameter kisi $a = 8.3969 \text{ \AA}$ dan sudut 90° serta model SiO_2 dengan COD 9006295 yang memiliki struktur monoclinic dengan parameter kisi $a = 6.8513 \text{ \AA}$; $b = 7.3761 \text{ \AA}$; $c = 6.7085 \text{ \AA}$ dan $\beta = 101.918^\circ$. Sedangkan untuk sampel dengan perlakuan penggilingan pada kecepatan 150 rpm selama 2 jam dan pada kecepatan 200 rpm selama 4 jam digunakan model magnetit dengan COD 9002316 yang memiliki struktur kubik dengan parameter kisi $a = 8.3965 \text{ \AA}$ dan sudut 90° serta model SiO_2 dengan COD 9006295 yang memiliki struktur

monoclinic dengan parameter kisi $a = 7.6600 \text{ \AA}$; $b = 4.1000 \text{ \AA}$; $c = 5.0300 \text{ \AA}$ dan $\beta = 117.900^\circ$.



Gambar 4.9 Kecocokan grafik data terukur (hasil XRD) dengan data terhitung (model) melalui proses penghalusan (*refinement*) menggunakan software Rietica

Berdasarkan data pada Tabel 4.3 dan Gambar 4.9 yang menunjukkan tingkat kecocokan antara model yang diberikan dengan data hasil XRD melalui analisa software Rietica, dapat diketahui bahwasannya tingkat kecocokan semua sampel dengan model dikatakan *accaptable* karena memiliki nilai kecocokan (*Great of Figure* atau GoF) di bawah angka 4 atau 4 % (Pratapa, 2011). Tingkat penghalusan grafik puncak difraksi dengan model sudah sesuai dan berada pada garis atau grafik yang sama dengan selisih pola difraksi data terukur dan data terhitung pada model sangat kecil. Nilai GoF ini menunjukkan indikasi tingkat kecocokan data hasil pengujian yang dilakukan dengan model sampel yang diberikan melalui proses penghalusan (*refine*).

Tabel 4.3 Hasil analisa kecocokan data dan komposisi fasa (% wt) menggunakan Rietica

Sampel	Rp	Rwp	GoF	R Brag	Komposisi Magnetit (%wt)	Komposisi SiO ₂ (%wt)
Tanpa digiling	29,34	38,17	2,33	27,98	66,16	33,84
Digiling 100 rpm, 2 jam	23,01	30,16	2,41	11,27	95,53	4,47
Digiling 100 rpm, 4jam	19,09	26,69	2,14	6,21	98,90	1,10
Digiling 100 rpm, 6 jam	19,37	27,33	2,29	9,10	99,59	0,41
Digiling 150 rpm, 2 jam	18,99	27,02	2,34	7,83	89,13	10,87
Digiling 150 rpm, 4jam	17,79	25,82	2,08	7,00	98,82	1,18
Digiling 150 rpm, 6 jam	17,16	24,88	1,83	6,48	99,99	0,01
Digiling 200 rpm, 2 jam	17,45	25,23	2,01	6,92	98,99	1,01
Digiling 200 rpm, 4jam	16,97	24,42	1,88	6,87	99,28	0,72
Digiling 200 rpm, 6 jam	17,07	24,25	1,90	6,81	99,99	0,01

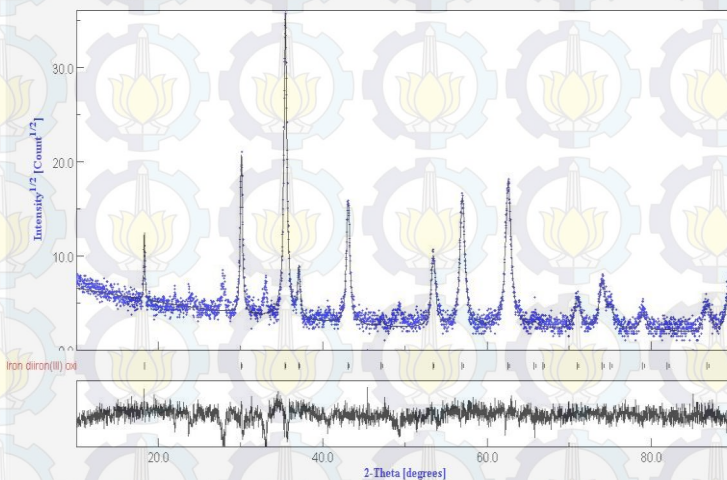
Dari Tabel 4.3 tersebut juga dapat diketahui bahwasanya komposisi fasa magnetit sampel hasil separasi magnetik sebelum dan sesudah proses penggilingan terjadi penambahan fraksi berat dari fasa magnetit dan pengurangan fasa SiO₂. Komposisi fasa magnetit semakin bertambah seiring dengan penambahan kecepatan dan waktu proses penggilingan, hal ini dikarenakan terjadi reduksi ukuran partikel, kristalin dan ukuran butir yang semakin kecil sehingga menyebabkan jumlah atau komposisi magnetit semakin banyak daripada sebelum dilakukan proses

penggilingan. Sampel dengan komposisi fasa magnetit terbanyak diperoleh dari hasil penggilingan dengan kecepatan 200 rpm selama 6 jam yaitu 99,99 % dari komposisi fasa awal magnetit sebelum diberi perlakuan penggilingan yaitu 66,16 %. Namun, ketika terjadi penambahan komposisi fasa magnetit akan menyebabkan komposisi fasa impuritas yaitu SiO_2 semakin berkurang karena sebagian besar sampel diisi oleh bahan magnetit.

Sedangkan untuk menentukan ukuran kristalin sampel berdasarkan hasil pengujian XRD, dapat dilakukan analisa dengan menggunakan perangkat lunak MAUD (Lutteroti, 2006 dalam Nurul Rosyidah, 2013). Analisa ini merupakan hasil pencocokan antara pola difraksi terhitung dengan pola difraksi terukur yang akan diperoleh nilai luaran hasil penghalusan pada setiap parameter penghalusan. Hasil analisis penghalusan dengan MAUD pada sampel magnetit (Fe_3O_4) dapat dinyatakan *acceptable* apabila nilai kecocokan (Sig) < 2%. Model terhitung yang digunakan untuk analisa ini seperti model yang digunakan untuk analisa Rietica. Hasil keluaran grafik pola pencocokan dengan software MAUD yaitu seperti pada Gambar 4.10 serta nilai ukuran kristalin berdasarkan nilai kecocokan data dengan model seperti pada Tabel 4.4.

Dari Tabel 4.4, dapat diketahui bahwasanya ukuran kristal cenderung turun meskipun penurunannya cukup sedikit, namun pada sampel dengan perlakuan penggilingan dengan kecepatan 200 rpm cenderung naik. Hal ini kemungkinan dikarenakan model yang tidak sesuai dengan data terukur hasil pengujian XRD atau proses *refinement* yang kurang bagus. Kesemua sampel hampir memiliki tingkat kecocokan yang sama dengan model yang diberikan karena nilai SiG (tingkat kecocokan) sampel hasil terukur dengan model kurang dari 2% atau *acceptable*, kecuali pada sampel dengan penggilingan pada kecepatan 100 rpm dan 150 rpm dalam waktu yang sama memiliki nilai kecocokan > 2% sehingga *unacceptable*. Pada analisa ukuran kristal menggunakan software MAUD ini diperoleh ukuran kristal rata-rata sampel

magnetit terkecil dimiliki oleh sampel yang diberikan perlakuan digiling dengan kecepatan 200 rpm selama 2 jam yaitu sebesar 51 nm. Ketika proses penggilingan berlangsung, energi kinetik yang ditimbulkan oleh bola milling sangat besar seiring dengan pertambahan kecepatan dan dalam jangka waktu yang lama sehingga tumbukan sering terjadi dan semakin cepat partikel tereduksi lebih kecil. Begitu juga gaya-gaya yang bekerja pada sampel saat proses penggilingan berlangsung akan semakin besar saat kecepatan dan waktu penggilingan semakin besar dan lama sehingga proses reduksi partikel semakin besar menghasilkan ukuran kristalin yang banyak dengan ukuran yang lebih kecil daripada ukuran kristalin sampel tanpa perlakuan penggilingan.



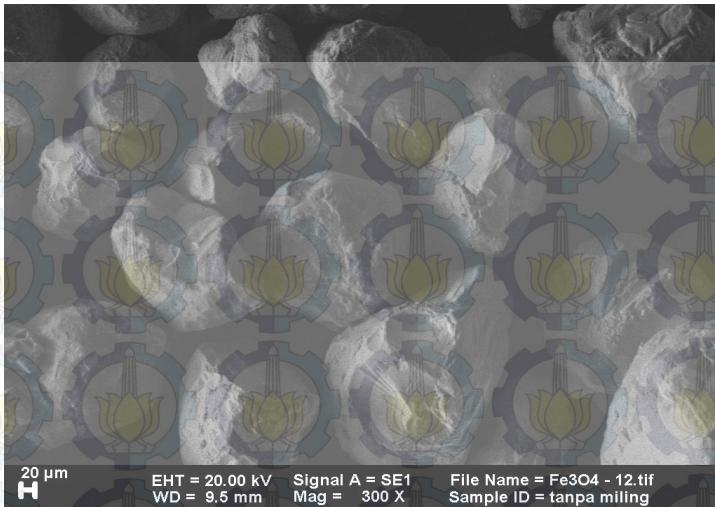
Gambar 4.10 Pola pencocokan grafik XRD dari data terukur dan data terhitung (model) untuk sampel Fe_3O_4 setelah dilakukan proses penggilingan dengan kecepatan 200 rpm selama 2 jam. Garis warna biru menunjukkan pola difraksi dan garis warna hitam atas menunjukkan pola difraksi terhitung. Sedangkan kurva hitam paling bawah merupakan plot selisih antara pola difraksi terukur dan pola difraksi terhitung. Garis-garis tegak menyatakan posisi-posisi puncak Bragg.

Tabel 4.4 Data ukuran kristalin magnetit hasil analisis MAUD

Sampel Fe_3O_4	Ukuran (nm)	SIG/ FoM
Tanpa digiling	100	1,498
Digiling 100 rpm, 2 jam	99	1,531
Digiling 100 rpm, 4 jam	97	3,438
Digiling 100 rpm, 6 jam	91	1,478
Digiling 150 rpm, 2 jam	99	1,458
Digiling 150 rpm, 4 jam	94	3,564
Digiling 150 rpm, 6 jam	93	1,312
Digiling 200 rpm, 2 jam	51	1,410
Digiling 200 rpm, 4 jam	77	1,309
Digiling 200 rpm, 6 jam	99	1,318

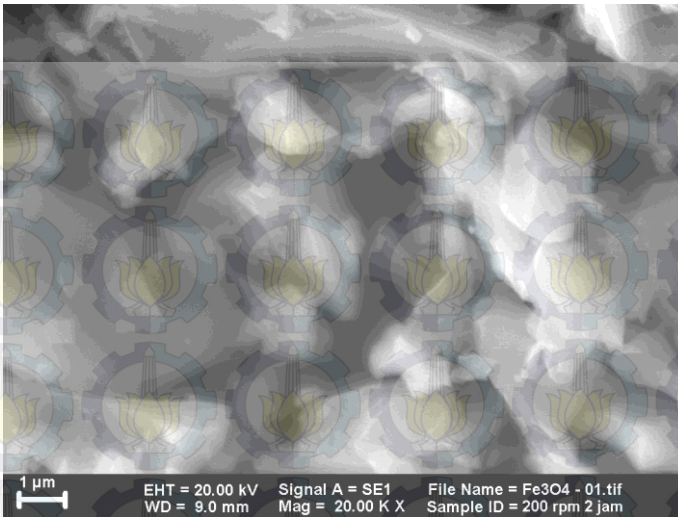
4.3.3 Identifikasi Mikrostruktur dengan Menggunakan SEM

Karakterisasi SEM dilakukan untuk mengetahui bentuk morfologi, ukuran butir dan bentuk yang homogen atau tidak dari suatu material yang diperoleh dari proses *scanning* permukaan suatu bahan yang dalam penelitian ini adalah magnetit. Hasil pengamatan mikrostruktur dari sampel magnetit terlihat pada Gambar 4.11-4.13. Gambar 4.11 merupakan penampakan permukaan sampel magnetit (Fe_3O_4) dasar hasil separasi tanpa proses penggilingan dengan pengambilan gambar dilakukan pada *working distance* 9,5 mm menghasilkan bentuk bulat, cenderung tidak beraturan dengan ukuran yang besar. Hal ini dikarenakan belum adanya proses perlakuan mekanik yang akan merubah bentuk dan ukuran kristal serta dimungkinkan masih adanya impuritas material lainnya sehingga masih berukuran bulat, besar dan kasar tidak beraturan.



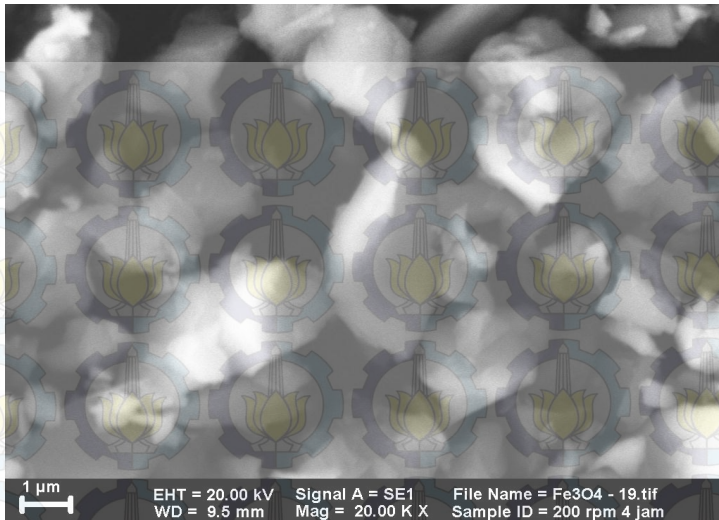
Gambar 4.11 Mikrostruktur serbuk magnetit sebelum proses penggilingan dengan perbesaran 300 kali

Sedangkan Gambar 4.12 merupakan penampakan permukaan gambar SEM untuk Fe_3O_4 digiling dengan kecepatan 200 rpm selama 2 jam. Pada gambar ini, tampak struktur kubik pipih terbentuk namun terbentuk pula *irregular shape* dengan jumlah lebih banyak dengan ukuran lebih kecil dibandingkan dengan pasir besi hasil separasi serta *inhomogen* dengan permukaan partikel yang terkesan halus. Bentuk ukuran butir pada sampel ini sudah mengalami pengecilan dari pada sampel awal yang diakibatkan oleh adanya reduksi ukuran butir dari proses penggilingan. Terjadi aglomerasi atau penggumpalan sampel yang sulit dipisahkan bahkan dengan proses ultrasonikasi pada saat preparasi (Ari Handayani, dkk, 2013) akibat tidak mampu menahan dengan sempurna proses oksidasi yang terjadi.



Gambar 4.12 Mikrostruktur serbuk magnetit setelah dilakukan proses penggilingan dengan kecepatan 200 rpm selama 2 jam dengan percepatan 20.000 kali

Sedangkan pada Gambar 4.13 yang merupakan penampakan struktur mikro sampel magnetit dengan perlakuan penggilingan dengan kecepatan 200 rpm selama 4 jam juga memiliki bentuk kubik, pipih namun masih banyak terbentuk *irregular shape* dengan ukuran yang relatif lebih kecil dari kedua sampel yang telah ditampilkan morfologinya. Bentuk butiran ini cenderung hampir sama atau homogen satu sama lainnya dan memiliki ukuran yang paling kecil diantara sampel yang lainnya. Sehingga dapat diketahui bahwasanya dengan perlakuan mekanik yang besar dalam waktu yang lama akan menghasilkan ukuran butir yang lebih kecil dengan tingkat kehomogenan bentuk dan ukuran yang cukup tinggi akibat proses reduksi ukuran partikel pada proses penggilingan.

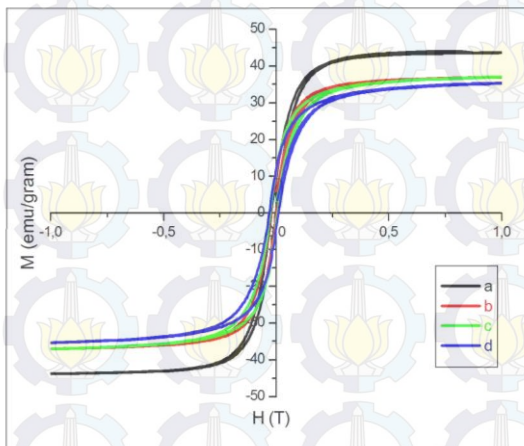


Gambar 4.13 Mikrostruktur serbuk magnetit setelah dilakukan proses penggilingan dengan kecepatan 200 rpm selama 4 jam dengan percepatan 20.000 kali

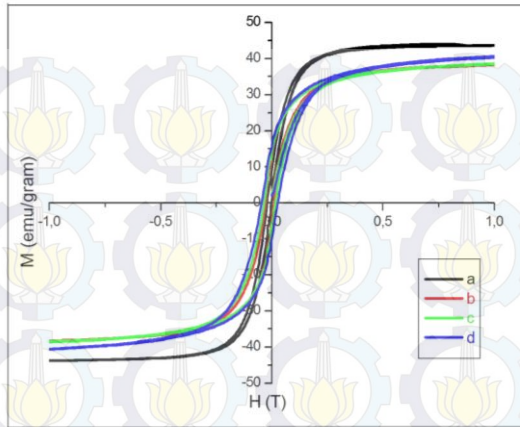
4.4 Sifat Kemagnetan Menggunakan *Vibrating Sample Magnetometer (VSM)*

Identifikasi VSM (*Vibrating Sample Magnetometer*) merupakan salah satu jenis identifikasi untuk mengetahui sifat kemagnetan dari serbuk Fe_3O_4 hasil separasi dan sintesis serta kibat perlakuan penggilingan. Dari hasil pengujian VSM ini didapatkan kurva histeresis masing-masing bahan yang merupakan hubungan antara medan magnet luar (H) dan magnetisasi (M). Dari kurva tersebut kita mampu menentukan besaran-besaran yang sangat penting untuk mengetahui sifat kemagnetan suatu material, yaitu magnetisasi saturasi (M_s), medan koersivitas (H_c), dan remanensi magnetik (M_r). Nilai magnetisasi saturasi atau magnetisasi jenuh menunjukkan keadaan yang sudah terjadi kejenuhan dimana nilai medan magnet B akan selalu konstan walaupun medan eksternal dinaikkan terus. Nilai magnetisasi saturasi ini juga menunjukkan

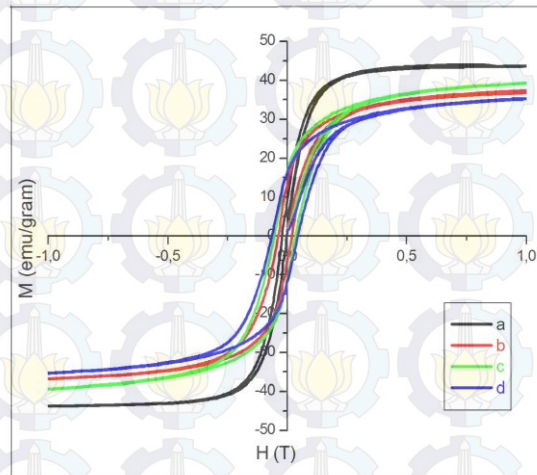
kemampuan partikel untuk mempertahankan kesearahan domain-domain magnetiknya ketika masih dikenai medan magnet luar atau besarnya medan magnet luar yang dibutuhkan untuk magnetisasi. Remanensi magnetik adalah sisa medan magnet (M) dalam proses magnetisasi saat medan magnet luar (H) dihilangkan atau bernilai nol. Sedangkan medan koersivitas merupakan besarnya medan luar yang dibutuhkan untuk menghilangkan sifat magnet bahan ketika dimagnetisasi atau membuat magnetisasi menjadi nol. Nilai medan koersivitas ini mampu menunjukkan sifat kemagnetan suatu bahan.. Sifat kemagnetan ini bergantung pada ukuran, orientasi kristal, struktur, kristalinitas, morfologi, kemurnian dan *surface effect* dari bahan tersebut.



Gambar 4.14 Hasil VSM untuk sampel magnetit (a) tanpa digiling, (b) digiling dengan kecepatan 100 rpm selama 2 jam, (c) digiling dengan kecepatan 100 rpm selama 4 jam dan (d) digiling dengan kecepatan 100 rpm selama 6 jam



Gambar 4.15 Hasil VSM untuk sampel magnetit (a) tanpa digiling, (b) digiling dengan kecepatan 150 rpm selama 2 jam, (c) digiling dengan kecepatan 150 rpm selama 4 jam dan (d) digiling dengan kecepatan 150 rpm selama 6 jam



Gambar 4.16 Hasil VSM untuk sampel magnetit (a) tanpa digiling, (b) digiling dengan kecepatan 200 rpm selama 2 jam, (c) digiling dengan kecepatan 200 rpm selama 4 jam dan (d) digiling dengan kecepatan 200 rpm selama 6 jam

Dari ketiga gambar kurva hysteresis (Gambar 4.14-4.16), dapat diketahui bahwasanya telah terjadi proses magnetisasi akibat peningkatan medan luar hingga terjadi saturasi dan demagnetisasi (medan luar dihilangkan). Proses magnetisasi akibat medan luar terjadi dimulai dari titik asal, lalu magnetisasi akan meningkat secara lambat namun menjadi lebih cepat seiring dengan meningkatnya medan luar hingga terjadi saturasi (kejenuhan) yang disebut “saturasi magnetik (M_s)”. Terjadi kejenuhan ini akibat tidak adanya momen dipol yang berlawanan arah karena semua sudah mengalami kesearahan dengan medan. Apabila medan luar dikurangi, kurva tidak akan kembali ke kurva namun kembali dengan kurva yang berbeda. Saat medan dikurangi hingga nilainya nol, masih terdapat sisa magnetisasi yang disebut “remanensi magnetik (M_r)”. Untuk menghilangkan magnetisasi (demagnetisasi) dibutuhkan medan luar dengan nilai tertentu hingga magnetisasi hilang (nol). Nilai medan ini adalah “medan koersivitas (H_c)” yang berubah secara periodik sehingga kurva menjadi penuh seperti loop hysteresis.

Dari ketiga gambar kurva hysteresis tersebut, untuk sampel pasir besi tanpa perlakuan penggilingan merupakan jenis magnet lunak karena lebar dan luas kurva yang relatif kecil dan sempit. Begitu pula untuk sampel yang diberikan perlakuan penggilingan dengan variasi kecepatan yang semakin tinggi dan variasi waktu yang semakin lama juga menghasilkan magnet lunak namun dengan lebar dan luas kurva yang besar daripada sampel yang tidak digiling. Luasan kurva yang kecil tersebut menunjukkan besarnya energi yang diperlukan untuk magnetisasi. Sehingga bahan magnetit dengan sifat magnet lunak ini memerlukan energi yang kecil untuk magnetisasi. Sampel magnetit tanpa digiling memiliki nilai saturasi magnetik yang tinggi, nilai remanen magnetik dan nilai koersivitas yang paling kecil diantara sampel besi yang mengalami perlakuan penggilingan dengan variasi waktu digiling dan juga variasi kecepatan karena ukuran kristalin yang relatif besar dari semua

sampel penelitian. Sedangkan nilai koersivitas dan remanensi magnetik yang tinggi dengan saturasi yang paling rendah diperoleh pada sampel magnetit dengan perlakuan penggilingan pada kecepatan 200 rpm selama 2 jam yang mempunyai ukuran kristalin paling kecil diantara semua sampel yang diteliti.

Tabel 4.5 Besar Medan Saturasi (Ms) dan Medan Koersivitas (Hc) Sampel Fe₃O₄

No	Sampel Fe ₃ O ₄	Ms (emu/gr)	Mr (emu/gr)	Hc (Tesla)
1	Ttanpa digiling	43,7	9,71	0,019
2	Digiling 100 rpm, 2 jam	37,0	11,00	0,021
3	Digiling 100 rpm, 4 jam	37,0	12,80	0,025
4	Digiling 100 rpm, 6 jam	35,0	12,40	0,027
5	Digiling 150 rpm, 2 jam	38,2	13,70	0,027
6	Digiling 150 rpm, 4 jam	38,4	13,90	0,033
7	Digiling 150 rpm, 6 jam	40,3	40,60	0,041
8	Digiling 200 rpm, 2 jam	37,3	12,70	0,035
9	Digiling 200 rpm, 4 jam	39,3	16,70	0,054
10	Digiling 200 rpm, 6 jam	35,2	16,30	0,063

Berdasarkan tabel 4.5, sifat magnetik pasir besi diidentifikasi dari besaran penting yang telah dijelaskan terdahulu. Nilai saturasi magnetik dipengaruhi oleh ukuran butir dan kristal. Menurut teori domain, semakin kecil ukuran butir dan kristalin maka jumlah domain jamak menjadi sedikit dan akan menuju domain tunggal serta jumlah momen dipol magnetik semakin besar sehingga nilai saturasi magnetik semakin besar (Mashuri, 2012). Namun, dalam percobaan ini, dengan ukuran butir dan ukuran kristal yang relatif kecil pada sampel magnetit yang digiling dengan kecepatan 200 rpm selama 2 jam menghasilkan saturasi magnetik yang sangat kecil yang tidak sesuai dengan teori. Hal ini dikarenakan semakin kecil ukuran

kristalnya, jumlah domain magnetik dan batas/dinding domain juga semakin sedikit, sehingga jumlah momen magnetiknya semakin sedikit dan bahan semakin mudah termagnetisasi (Riska, 2013). Untuk sampel pasir besi tanpa digiling memiliki nilai saturasi magnetik tinggi dikarenakan ukuran butir yang masih cukup besar dan memungkinkan mempunyai struktur bulir dengan banyak domain jamak dengan arah yang berbeda dan juga ada pembatas antar domain berupa dinding domain sehingga membutuhkan energi yang cukup besar berupa medan luar untuk meyearahkan domain jamak menjadi domain tunggal hingga tersaturasi. Sedangkan pada ukuran kristal dan butir yang semakin kecil, domain menuju domain tunggal sehingga untuk mencapai saturasi dibutuhkan waktu yang singkat dengan energi yang besar dari medan luar karena bentuknya yang sudah seragam dan sedikit domain yang berbeda arah (domain jamak).

Medan koersivitas (H_c) merupakan medan yang dibutuhkan untuk menghilangkan induksi magnet dalam suatu bahan sama dengan nol. Tingginya nilai koersivitas mengindikasikan sampel tersusun atas domain tunggal lebih dominan, sehingga medan yang dibutuhkan untuk menyeragamkan arah dari momen dipol magnetik dalam domain menjadi lebih besar pada magnetisasi. Nilai koersivitas ini juga dipengaruhi oleh ukuran butir dan kristal, dimana ketika nilai ukuran kristal semakin besar maka medan koersivitasnya menurun, yang menunjukkan sifat magnetik bahan menurun akibat ketidakseragaman arah momen dipol magnetik yang tinggi (Mashuri, 2012), begitu sebaliknya. Hal ini sesuai dengan hasil penelitian yang dilakukan, yaitu nilai koersivitas paling tertinggi didapatkan pada sampel digiling 200 rpm selama 2 jam, yaitu sebesar 0,035 T, hal ini dikarenakan ukuran kristal yang dimilikinya paling kecil seperti pada tabel 4.4. Sehingga bahan ini termasuk bahan yang memiliki sifat kemagnetan yang cukup tinggi diantara sampel lainnya.

Besaran lainnya yaitu magnetisasi remanen (M_r) yang merupakan magnetisasi sisa yang dimiliki bahan saat tidak

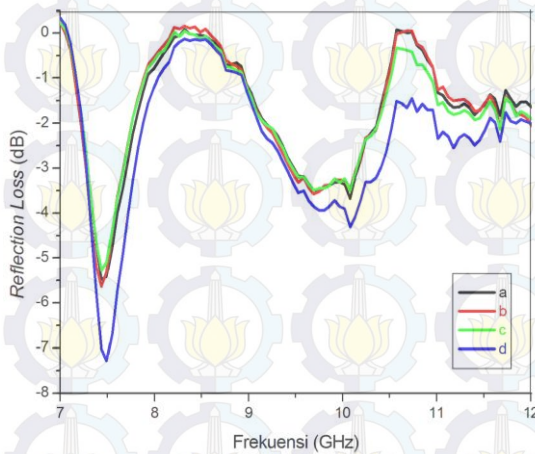
dipengaruhi oleh medan luar. Semakin besar nilai remanensinya, maka semakin besar pula medan yang dibutuhkan untuk menghilangkan magnetisasi remanen dalam suatu bahan. Nilai remanensi magnetik ini sebanding dengan medan koersivitas yang cenderung meningkat sehingga bahan memiliki sifat kemagnetan yang cukup tinggi.

4.5 Sifat Penyerapan Gelombang Mikro pada X dan Ku-Band Menggunakan Vector Network Analyzer (VNA)

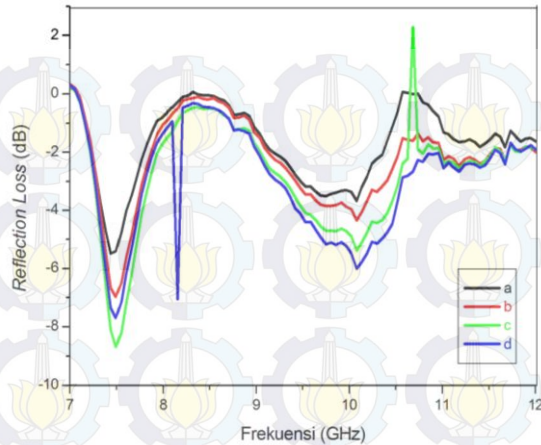
Identifikasi dan karakterisasi nilai penyerapan (*reflection loss*) terhadap gelombang elektromagnetik yang ditembakkan pada suatu sampel adalah dengan menggunakan alat VNA yang terdapat di LIPI Bandung. Karakterisasi ini menghasilkan data keluaran yang biasa disebut scattering parameter (S parameter) atau parameter hamburan dari perilaku reflesi dan transmisi yang terjadi pada kedua port VNA. Hasil dari S parameter ini bisa digunakan untuk mendapatkan *Voltage Standing Wave Ratio (VSWR)*, *gain*, *return loss*, *transmission* dan *coeficien reflection loss*. Pada penelitian ini, diperlukan nilai *Reflection Loss (RL)* terhadap gelombang mikro pada *range* frekuensi X-band (7-12 GHz) yang merupakan daerah kerja dari gelombang radar dan Ku-band (12-18 GHz) yang digunakan pada satelit komunikasi, khususnya untuk penerbitan dan penyiaran satelit televisi atau *Direct Broadcast Television*, sinyal telepon dan layanan komunikasi bisnis.

Nilai *reflection loss* yang didapatkan dari hasil pengujian ini dapat menentukan karakteristik sifat penyerapan gelombang dimana ketika nilai refleksi lossnya sangat tinggi bahan tersebut termasuk bahan penyerap gelombang yang baik. Salah satu bahan absorber gelombang mikro yang digunakan pada penelitian ini adalah bahan magnetik berbasis pasir besi karena memiliki sifat magnetik yang cukup tinggi dan mudah didapat serta memiliki nilai saturasi magnetik yang cukup besar, berfungsi untuk memperlebar jangkauan frekuensi penyerapan. Bahan absorber berbasis bahan magnetik ini menghasilkan permeabilitas

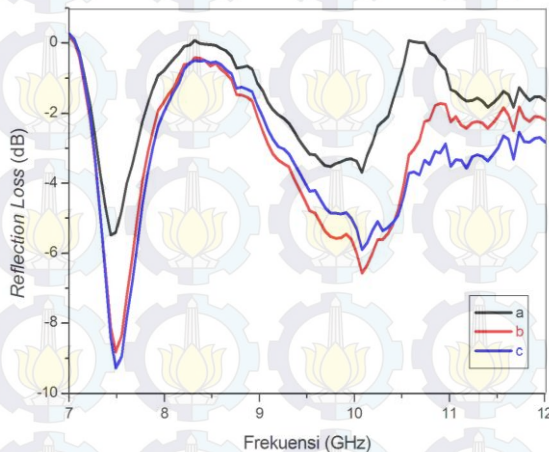
yang tinggi sehingga jangkauan gelombang elektromagnetik yang diserap akan lebih luas, salah satunya bahan magnetit (Fe_3O_4). Ukuran partikel sampel dalam orde mikro merupakan bahan magnetik yang memiliki sifat menyerap gelombang mikro melalui interaksi momen dipol magnetik yang terkandung dalam sampel magnetit. Permukaan partikel sebagai media pertama yang mengalami interaksi dengan gelombang mikro, maka luas permukaan mempengaruhi energi gelombang mikro yang diserap oleh kopling spin magnetik (Mahuri, 2012).



Gambar 4.17 *Reflection Loss* dalam fungsi frekuensi pada magnetit (a) sebelum digiling, dan digiling pada kecepatan sama 100 rpm dengan variasi waktu (b) 2 jam, (c) 4 jam dan (d) 6 jam pada frekuensi X-band (7-12 GHz)



Gambar 4.18 *Reflection Loss* dalam fungsi frekuensi pada magnetit (a) sebelum digiling, dan digiling pada kecepatan sama 150 rpm dengan variasi waktu (b) 2 jam, (c) 4 jam dan (d) 6 jam pada frekuensi X-band (7-12 GHz)



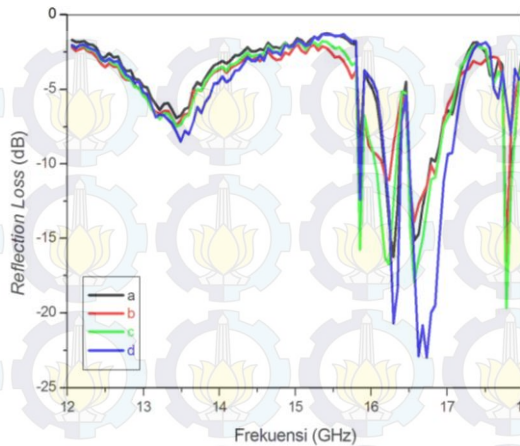
Gambar 4.19 *Reflection Loss* dalam fungsi frekuensi pada magnetit (a) sebelum digiling, dan digiling pada kecepatan sama 200 rpm dengan variasi waktu (b) 2 jam, (c) 4 jam pada frekuensi X-band (7-12 GHz)

Berdasarkan pada grafik penyerapan gelombang mikro sampel magnetit tanpa perlakuan penggilingan dan sampel magnetit yang diberi perlakuan mekanik berupa proses penggilingan dengan variasi kecepatan dan waktu digiling pada rentang frekuensi X-Band seperti Gambar 4.17-4.19, terlihat bahwasanya penyerapan gelombang mikro pada rentang frekuensi 7-12 GHz oleh semua sampel mengalami penurunan nilai *Reflection Loss* (RL) pada kisaran frekuensi yang hampir sama semua, yang membedakan adalah besarnya *reflection loss* masing-masing sampel akibat perlakuan mekanik yang diberikan. Salah satunya reduksi ukuran yang mampu mempengaruhi tingkatan refleksi loss yang maksimum. Dari daftar Tabel 4.6-4.9, penyerapan terjadi pada rentang frekuensi 7,00-8,37 GHz dan 10,8-11,5 GHz. Penyerapan maksimal dengan nilai *refleksion loss* tertinggi terjadi pada sampel magnetit dengan perlakuan kecepatan penggilingan 200 rpm selama 6 jam terjadi pada rentang frekuensi 7,00-8,37 GHz dengan nilai sebesar -9,27 dB pada frekuensi maksimum 7,49 GHz. Sedangkan pada rentang frekuensi yang sama, penyerapan minimum didapatkan pada sampel pasir besi hasil separasi magnet permanen dengan nilai sebesar -5,47 dB pada frekuensi maksimum 7,44 GHz. Sehingga pada frekuensi X-band dengan rentang frekuensi 7,44-7,49 GHz terjadi penyerapan (*reflection loss*) gelombang mikro pada sampel magnetit (Fe_3O_4) dengan rentang sebesar -5,47 sampai -9,26798 dB. Adanya puncak runcing ke atas pada Gambar 4.18 pada frekuensi 10,6 GHz pada sampel dengan perlakuan penggilingan 150 rpm selama 4 jam menunjukkan adanya kesalahan dalam pengambilan data sehingga terjadi *losses*.

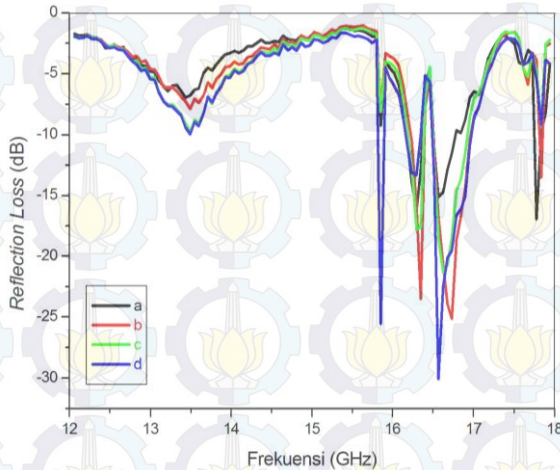
Penyerapan gelombang mikro semakin besar seiring dengan ukuran kristal dan butir yang semakin kecil akibat reduksi melalui proses penggilingan dengan kecepatan dan waktu yang semakin besar. Hal ini dikarenakan ukuran partikel yang besar dapat menyebabkan luasan permukaan kecil sehingga penyerapan energi gelombang mikro oleh momen dipol magnetik menjadi kecil. Selain itu, masih adanya pengotor atau impuritas berupa

bahan non magnetik menyebabkan daya absorpsi yang relatif kecil. Bahan magnetit mampu menyerap gelombang mikro dikarenakan adanya kandungan momen dipol magnetik yang saling berinteraksi dan berpindah dari tingkat energi rendah ke energi tinggi yang membutuhkan energi, sehingga apabila gelombang mikro datang maka akan diserap dan dirubah bentuk menjadi energi yang dibutuhkan dipol magnet untuk berpindah keadaan. Interaksi momen dipol magnetik akan menghasilkan beda energi potensial yang sesuai dengan jarak masing-masing momen dipol magnetik yang berinteraksi, sehingga frekuensi gelombang mikro yang dapat diserap bervariasi (Mashuri, 2012).

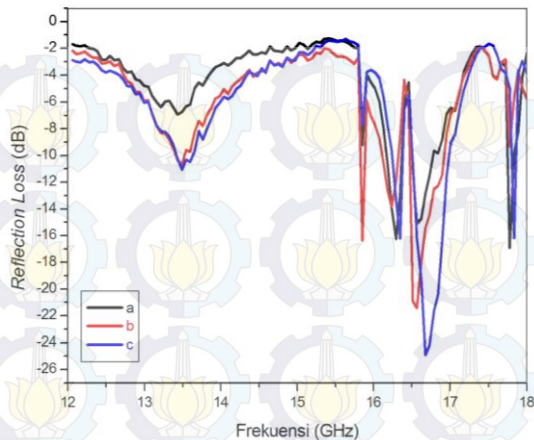
Berdasarkan pada grafik penyerapan gelombang mikro sampel magnetit untuk semua perlakuan mekanik pada rentang frekuensi *Ku-band* seperti Gambar 4.20-4.22, terlihat bahwasanya penyerapan gelombang mikro pada rentang frekuensi 12-18 GHz oleh semua sampel mengalami penurunan nilai *Reflection Loss* (RL) pada kisaran frekuensi yang hampir sama semua, yang membedakan hanya pada besarnya *reflection loss* masing-masing sampel akibat perlakuan mekanik yang diberikan sehingga ukuran partikel mengalami reduksi menjadi semakin kecil. Pada frekuensi *Ku-band* ini, banyak sekali penyerapan gelombang mikro yang terjadi pada frekuensi tertentu. Dari daftar Tabel 4.8, penyerapan maksimal dengan nilai *refleksiion loss* tertinggi terjadi pada sampel magnetit dengan perlakuan kecepatan penggilingan 150 rpm selama 6 jam terjadi pada rentang frekuensi 16,41-17,18 GHz dengan nilai sebesar -30,05 dB pada frekuensi maksimum 16,57 GHz. Sedangkan pada rentang frekuensi yang sama, penyerapan minimum didapatkan pada sampel pasir besi hasil penggilingan dengan kecepatan 100 rpm selama 2 jam dengan nilai sebesar -13,90 dB pada frekuensi maksimum 16,63 GHz. Sehingga pada frekuensi *Ku- band* dengan rentang frekuensi 16,41-17,18 GHz terjadi penyerapan (*reflection loss*) gelombang mikro pada sampel magnetit (Fe_3O_4) dengan rentang sebesar -30,05 sampai -13,90 dB.



Gambar 4.20 *Reflection Loss* dalam fungsi frekuensi pada magnetit (a) sebelum digiling, dan digiling pada kecepatan sama 100 rpm dengan variasi waktu (b) 2 jam, (c) 4 jam dan (d) 6 jam pada frekuensi Ku-band (12-18 GHz)



Gambar 4.21 *Reflection Loss* dalam fungsi frekuensi pada magnetit (a) sebelum digiling, dan digiling pada kecepatan sama 150 rpm dengan variasi waktu (b) 2 jam, (c) 4 jam dan (d) 6 jam pada frekuensi Ku-band (12-18 GHz)



Gambar 4.22 Reflection Loss dalam fungsi frekuensi pada magnetit (a) sebelum digiling, dan digiling pada kecepatan sama 200 rpm dengan variasi waktu (b) 2 jam, (c) 4 jam pada frekuensi Ku-band (12-18 GHz)

Tabel 4.6 Parameter serapan gelombang mikro Fe_3O_4 hasil separasi magnetik sebelum diberi perlakuan penggilingan pada pita frekuensi X-band dan Ku-band

Sampel Fe_3O_4	Rugi Refleksi Maksimum, RL_m (dB)	Frekuensi Pas, f_m (GHz)	Lebar Pita (GHz)
			$f_1 - f_2$
Tanpa digiling	-5,47	7,44	7,00 - 8,37
	-3,68	10,08	8,43 - 10,60
	-1,82	11,40	10,80 - 11,50
	-1,83	11,70	11,60 - 11,70
	-6,92	13,49	12,55 - 14,59
	-9,22	15,91	15,69 - 15,96
	-16,25	16,35	16,13 - 16,46
	-15,12	16,63	16,52 - 17,39

Tabel 4.7 Parameter serapan gelombang mikro Fe_3O_4 yang diberi perlakuan penggilingan dengan kecepatan 100 rpm pada pita frekuensi X-band dan Ku-band

Sampel Fe_3O_4	Rugi Refleksi Maksimum, RL_m (dB)	Frekuensi Pas, f_m (GHz)	Lebar Pita (GHz)	
			$f_1 - f_2$	Δf (RL \leq -20 dB)
Digiling dengan kecepatan 100 rpm selama 2 jam	-5,64	7,44	7,17 - 7,94	
	-3,57	9,70	7,99 - 8,32	
	-1,73	11,40	10,03 - 10,34	
	-2,10	11,68	11,51 - 11,79	
	-7,42	13,49	12,55 - 14,59	
	-11,00	15,91	15,69 - 15,96	
	-11,10	16,29	16,13 - 16,46	
	-13,90	16,63	16,52 - 17,39	
Digiling dengan kecepatan 100 rpm selama 4 jam	-5,75	7,44	7,17 - 7,94	
	-3,50	10,08	7,99 - 8,32	
	-1,92	11,40	10,03 - 10,34	
	-2,14	11,70	11,51 - 11,79	
	-7,48	13,49	12,55 - 14,59	
	-15,75	15,91	15,69 - 15,96	
	-16,75	16,29	16,13 - 16,46	
	-17,90	16,63	16,52 - 17,39	
Digiling dengan kecepatan 100 rpm selama 6 jam	-7,28	7,50	7,17 - 7,94	
	-4,31	10,08	7,99 - 8,32	
	-2,54	11,20	10,03 - 10,34	
	-2,40	11,70	11,51 - 11,79	
	-8,48	13,49	12,55 - 14,59	
	-12,40	15,86	15,69 - 15,96	
	-20,69	16,35	16,13 - 16,46	0,33
	-22,96	16,74	16,52 - 17,39	0,87

Tabel 4.8 Parameter serapan gelombang mikro Fe_3O_4 yang diberi perlakuan penggilingan dengan kecepatan 150 rpm pada pita frekuensi X-band dan Ku-band

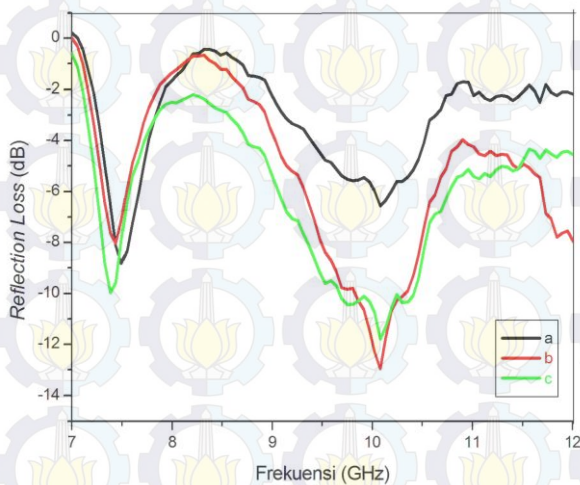
Sampel Fe_3O_4	Rugi Refleksi Maksimum, RL_m (dB)	Frekuensi Pas, f_m (GHz)	Lebar Pita (GHz)	
			$f_1 - f_2$	$\Delta f (RL \leq -20 \text{ dB})$
Digiling dengan kecepatan 150 rpm selama 2 jam	-6,967	7,49	7,17 - 7,94	
	-0,68	8,10	7,99 - 8,32	
	-4,35	10,08	10,03 - 10,34	
	-2,31	11,68	11,51 - 11,79	
	-7,84	13,49	13,05 - 14,09	
	-7,85	15,86	15,75 - 16,02	
	-23,48	16,35	16,19 - 16,41	
	-25,12	16,74	16,46 - 17,18	
Digiling dengan kecepatan 150 rpm selama 4 jam	-13,49	17,84	17,78 - 18,00	0,22
	-8,67	7,49	7,17 - 7,94	
	-1,29	8,16	7,99 - 8,32	0,72
	-5,38	10,08	10,03 - 10,34	
	-2,30	11,68	11,51 - 11,79	
	-9,74	13,49	13,05 - 14,09	
	-8,11	15,86	15,75 - 16,02	
	-17,76	16,29	16,19 - 16,41	
Digiling dengan kecepatan 150 rpm selama 6 jam	-21,33	16,63	16,46 - 17,18	0,27
	-9,19	17,84	17,78 - 18,00	
	-7,69	7,49	7,17 - 7,94	
	-7,06	8,16	7,99 - 8,32	
	-6,01	10,08	10,03 - 10,34	
	-2,41	11,68	11,51 - 11,79	
	-9,93	13,49	13,05 - 14,09	
	-25,54	15,86	15,75 - 16,02	
	-13,32	16,29	16,19 - 16,41	
	-30,05	16,57	16,46 - 17,18	
	-9,16	17,84	17,78 - 18,00	

Tabel 4.9 Parameter serapan gelombang mikro Fe_3O_4 yang diberi perlakuan penggilingan dengan kecepatan 200 rpm pada pita frekuensi X-band dan Ku-band

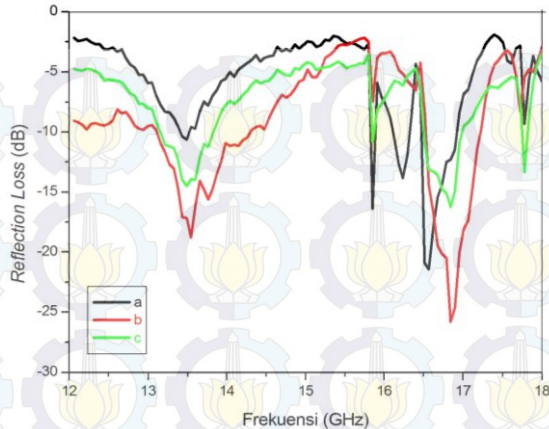
Sampel Fe_3O_4	Rugi Refleksi Maksimum, RL_m (dB)	Frekuensi Pas, f_m (GHz)	Lebar Pita (GHz)	
			$f_1 - f_2$	Δf (RL \leq -20 dB)
Digiling dengan kecepatan 200 rpm selama 2 jam	-8,81	7,49	7,11 - 8,32	0,91
	-6,57	10,08	8,50 - 10,74	
	-2,42	11,80	10,85 - 11,51	
	-2,49	11,68	11,62 - 11,84	
	-10,61	13,49	12,50 - 14,54	
	-16,39	15,86	15,69 - 15,97	
	-13,84	16,24	16,08 - 16,35	
	-21,43	16,57	16,41 - 17,32	
Digiling dengan kecepatan 200 rpm selama 4 jam	-9,27	7,49	7,11 - 8,32	0,91
	-5,90	10,08	8,50 - 10,74	
	-3,56	11,80	10,85 - 11,51	
	-3,32	11,68	11,62 - 11,84	
	-11,05	13,49	12,50 - 14,54	
	-7,72	15,86	15,69 - 15,97	
	-16,23	16,35	16,08 - 16,35	
	-24,91	16,68	16,41 - 17,32	

Ukuran rata-rata partikel dan juga ukuran kristalin merupakan salah satu faktor yang mempengaruhi penyerapan energi gelombang mikro. Bentuk geometri partikel magnetik berupa *spheris* dan ukuran kristalin yang kecil menyebabkan partikel tersebut mempunyai luas permukaan yang besar sehingga kontakannya semakin tinggi (Mashuri, 2012). Luas permukaan partikel ini merupakan faktor penting dalam penyerapan gelombang mikro karena merupakan daerah atom yang paling tidak stabil sehingga bila ada penetrasi energi gelombang mikro yang besarnya sesuai dengan energi potensial yang dibutuhkan oleh momen dipol magnetik yang berinteraksi maka pada

frekuensi tersebut energi akan diserap. Hal ini dapat dilihat dari tabel 4.5 yang menyatakan ukuran kristalin dari masing-masing sampel pengujian. Sampel dengan ukuran kristalin yang kecil mempunyai daya serap gelombang mikro yang besar akibat luas permukaan yang besar mengakibatkan daerah kerja dari bahan semakin luas sehingga permukaan yang akan menangkap gelombang mikro semakin luas dan terjadi penyerapan yang semakin besar. Selain itu, jumlah atom-atom yang tidak berikatan dengan baik pada permukaan banyak dan tidak stabil sehingga mendorong timbulnya elektron bebas bergerak dinamis, membuka peluang ketidakseragaman arah spin sehingga membentuk kopling spin diantaranya menyebabkan energi gelombang mikro terserap untuk melakukan transisi ke tingkat energi yang lebih tinggi.



Gambar 4.23 *Reflection Loss* dalam fungsi frekuensi pada magnetit yang digiling dengan kecepatan sama yaitu 200 rpm dengan variasi ketebalan (a) 4 mm (b) 8 mm dan (c) 12 mm pada frekuensi X- band (7-12 GHz)



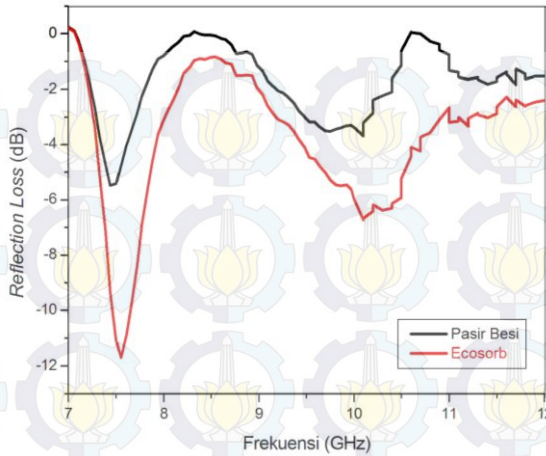
Gambar 4.24 *Reflection Loss* dalam fungsi frekuensi pada magnetit yang digiling dengan kecepatan sama yaitu 200 rpm dengan variasi ketebalan (a) 4 mm (b) 8 mm dan (c) 12 mm pada frekuensi Ku-band (12-18 GHz)

Dari Gambar 4.23 dan 4.24 serta Tabel 4.10 terlihat bahwa *Reflection Loss* maksimum yang terjadi pada bahan magnetit dengan tebal sampel uji sebesar 8 mm pada rentang frekuensi X-band terjadi pada rentang frekuensi 8,82-10,79 GHz. Nilai *reflection loss*nya sebesar -12,96 dB sedangkan refleksi *loss* terendah pada rentang frekuensi yang sama terjadi pada sampel dengan ketebalan 4 mm yaitu sebesar -6,57 dB. Semakin tebal sampel, maka nilai refleksi *loss* maksimum besar. Hal ini dikarenakan kandungan material magnetik baik fraksi volume maupun fraksi berat partikel magnetit semakin besar (Riska, 2013), sehingga berpengaruh pada pergerakan spin dari vektor magnetisasi semakin banyak dan domain magnetik yang mempengaruhi pergerakan batas-batas domain. Sedangkan pada frekuensi Ku-band, refleksi *loss* maksimum juga terjadi pada sampel dengan ketebalan 8 mm dan refleksi *loss* minimum terjadi pada sampel dengan ketebalan 4 mm. Sampel dengan ketebalan 12 mm memiliki nilai refleksi *loss* di bawah sampel dengan

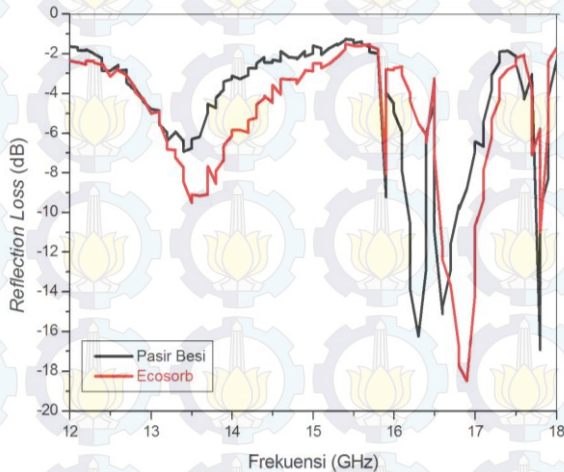
ketebalan 8 mm, sehingga pada ketebalan 8 mm ini sangat efektif untuk membuat bahan penyerap gelombang mikro.

Tabel 4.10 Parameter Serapan Gelombang Mikro Fe_3O_4 dengan Variasi Ketebalan Sampel pada Pita Frekuensi X-band dan Ku-band

Sampel Fe_3O_4	Rugi Refleksi Maksimum, RL_m (dB)	Frekuensi Pas, f_m (GHz)	Lebar Pita (GHz)	
			$f_1 - f_2$	Δf (RL ≤ -20 dB)
Ketebalan 4 mm	-8,81	7,49	7,22 - 7,88	1,43
	-6,57	10,08	8,82 - 10,79	
	-2,49	11,68	11,35 - 12,01	
	-10,61	13,49	12,50 - 14,26	
	-16,39	15,86	15,58 - 15,96	
	-21,43	16,57	16,02 - 17,45	
	-9,32	17,78	17,62 - 17,95	
Ketebalan 8 mm	-8,04	7,44	7,22 - 7,88	1,43
	-12,96	10,08	8,82 - 10,79	
	-7,79	11,84	11,35 - 12,01	
	-18,79	13,55	12,50 - 14,26	
	-7,44	15,86	15,58 - 15,96	
	-25,83	16,85	16,02 - 17,45	
	-8,27	17,73	17,62 - 17,95	
Ketebalan 12 mm	-9,97	7,39	7,22 - 7,88	1,43
	-11,79	10,08	8,82 - 10,79	
	-5,18	11,40	11,35 - 12,01	
	-14,48	13,49	12,50 - 14,26	
	-10,77	15,86	15,58 - 15,96	
	-16,25	16,85	16,02 - 17,45	
	-13,33	17,84	17,62 - 17,95	-



Gambar 4.25 Grafik *Reflection Loss* dalam fungsi frekuensi pada (a) magnetit dan (b) ecosorb pada frekuensi X-band (7-12 GHz)



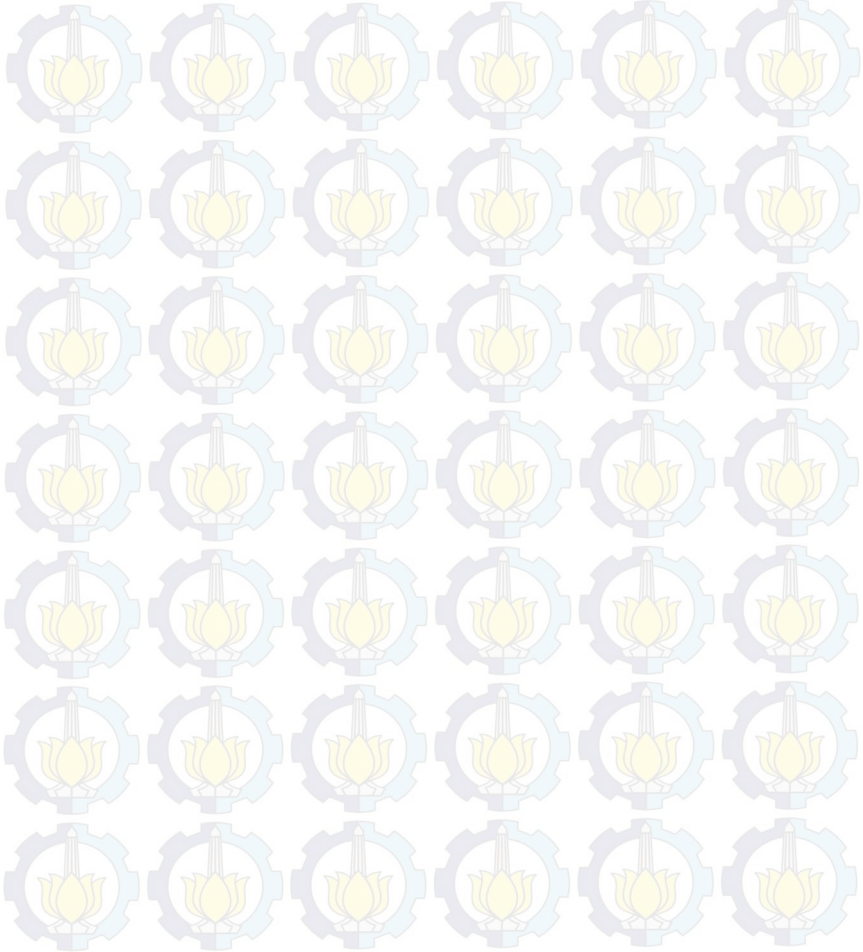
Gambar 4.26 Grafik *Reflection Loss* dalam fungsi frekuensi pada (a) magnetit dan (b) ecosorb pada frekuensi Ku-band (12-18 GHz)

Tabel 4.11 Parameter Serapan Gelombang Mikro Fe₃O₄ dengan Ecosorb pada Pita Frekuensi X-band dan Ku-band

Sampel	Rugi Refleksi Maksimum, RL_m (dB)	Frekuensi Pas, f_m (GHz)	Lebar Pita (GHz)
			$f_1 - f_2$
Fe ₃ O ₄ tanpa digiling	-5,47	7,44	7,22 - 7,83
	-3,68	10,08	9,09 - 10,47
	-1,82	11,40	11,02 - 11,51
	-1,83	11,68	11,56 - 11,84
	-6,92	13,44	12,72 - 14,37
	-9,22	15,86	15,58 - 15,96
	-16,25	16,29	16,08 - 16,41
	-15,12	16,57	16,46 - 17,39
	-16,92	17,78	17,45 - 18,00
Ecosorb	-11,69	7,55	7,00 - 8,37
	-6,73	10,08	8,43 - 10,60
	-3,33	11,18	10,80 - 11,50
	-2,62	11,68	11,60 - 11,70
	-9,51	13,49	12,55 - 14,59
	-8,03	15,86	15,69 - 15,96
	-6,46	16,41	16,13 - 16,46
	-18,48	16,90	16,52 - 17,39
	-10,99	17,83	17,62 - 18,00

Apabila penyerapan bahan magnetit dibandingkan dengan bahan ecosorb yang dimiliki oleh LIPI Bandung seperti yang terlihat pada Gambar 2.5 dan Gambar 2.6 untuk nilai *Reflection Loss* pada rentang pita frekuensi gelombang mikro yang berbeda yaitu X-band dan Ku-band, dapat diketahui bahwasanya sampel magnetit yang berasal dari pasir besi memiliki sifat penyerapan gelombang mikro setengah (50%) dari penyerapan maksimum bahan ecosorb yang memiliki kandungan karbon organik yaitu bahan karbon dan batu bara dengan kualitas penyerapan yang cukup bagus. Hal ini juga dapat dilihat pada

Tabel 4.11 yang menunjukkan nilai tingkat penyerapan gelombang pada bahan magnetit dan ecosorb memiliki tingkat penyerapan pada lebar pita frekuensi yang hampir sama lebarnya sehingga bahan magnetit dapat dibuat sebagai bahan penyerap gelombang (absorber).



BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dengan judul “Analisis Ukuran Kristal, Sifat Magnetik dan Penyerapan Gelombang Mikro pada X dan Ku-Band Bahan Magnetit (Fe_3O_4) yang Dibuat dengan Metode Penggilingan (*Milling*)” maka dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut :

1. Pemberian perlakuan variasi kecepatan dan waktu penggilingan menyebabkan adanya perubahan ukuran kristal yang semula besar menjadi kecil dengan struktur mikro yang semakin pipih, kecil dan cenderung homogen.
2. Perubahan ukuran kristal yang semakin kecil menyebabkan sifat magnetik tinggi karena momen dipol magnetik mudah disearahkan dan penyerapan gelombang mikro pada pita X dan pita Ku semakin besar dan cukup optimal karena luas permukaan dan interaksi antar dipol semakin besar.
3. Ukuran kristal magnetit terkecil sebesar 51 nm memiliki nilai medan koersivitas, remanensi magnetik dan saturasi magnetik maksimum masing-masing sebesar 0,035 T, 12,7 emu/gr dan 37,3 emu/gr yang mampu menyerap gelombang mikro sebesar -8,81 dB pada frekuensi 7,49 GHz (X-Band) dan -21,43 dB pada frekuensi 16,57 GHz (Ku-Band).

5.2 Saran

1. Untuk penelitian selanjutnya agar dilakukan proses pencucian menggunakan alkohol berkali-kali agar pengotor banyak yang hilang dan ekstraksi yang berulang

kali dengan penambahan ketebalan kertas sehingga kemurnian bahan magnetit semakin tinggi.

2. Dalam proses penggerusan sampel yang telah dikeringkan setelah proses penggilingan, usahakan sampel kembali digiling menggunakan mortar dalam waktu yang sama agar distribusi kehomogenan ukuran partikel merata, tidak ada yang menggumpal satu sama lain yang mampu mempengaruhi hasil ukuran butir dan kristalin

DAFTAR PUSTAKA

Afza, Erini. 2011. “Pembuatan Magnet Permanen Ba-Hexa Ferrite ($\text{Ba}_{0.6}\text{Fe}_2\text{O}_3$) dengan Metode Koopresipitasi dan Karakterisasinya”. Medan : Universitas Sumatera Utara

Agustanto, Rizki dan Widyastuti. 2014. “Pengaruh Dopan Co-Zn dengan Variasi Fraksi Mol dan Variasi Ph terhadap Sifat Magnetik dan Struktur Mikro Barium Heksaferrit dengan Metode Sol-Gel *Auto Combution*”. Jurnal Teknik POMITS Vol. 3, No. 1

Ardra. .Diakses melalui web <http://ardra.biz/sain-teknologi/mineral/pengolahan-mineral/pengolahan-pasir-besi/> pada tanggal 10 Februari 2015 pukul 01:06 WIB)

Bhakti, Henny Dwi. 2013. “Pengaruh Ukuran Partikel Fe_3O_4 dari Pasir Besi sebagai Bahan Penyerap Radar pada Frekuensi X dan Ku Band”. Tugas Akhir Jurusan Fisika FMIPA ITS tahun 2013.

Blaney, Lee. 2007. **Magnetite (Fe_3O_4) : Properties, Synthesis, and Applications**. Lehigh Review, paper 5 Volume 15.

Cullity, B. D, 1972. **Introduction to magnetic materials**. Addison-Wesley Series in metalurgi and materials. University of Noter Dame.

Elwindari, Nastiti. 2012. “Kinetika Pertumbuhan Kristal dan Karakteristik Serapan Gelombang Mikro Material LSMO di Substitusi Fe-Ti Melalui Proses Pemaduan Mekanik”. Skripsi Program Studi Fisika Peminatan Fisika Material Fakultas Matematikadan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia, Depok.

Handayani, Ari dkk. 2013. “Morfologi dan Sifat Magnetik Nanopartikel *Core/Shell* Fe/Oksida Fe Hasil Proses *Milling* Energi Tinggi pada Berbagai Medium”. *Jurnal Sains Materi Indonesia*. Volume 14. Hal: 151-155.

Hartono, Budi. 2014. “Pengolahan Pasir Besi menjadi Besi Spon” diunggah dalam webnya (www.vedcmalang.com/pppptkboemlg.index.php/menuutama/mesin-cnc/1258-pengolahan-pasir-besi-menjadi-besi-spon). Diakses pada tanggal 10 Februari 2015 pukul 00:38 WIB

Ing Kong *et al.* 2010. “Magnetic and microwave absorbing properties of magnetite–thermoplastic natural rubber nanocomposites”. **Journal of Magnetism and Magnetic Material**. Volume 322. 3401-3409.

Khasanah, Qodri Fitrothul. 2012. “Efek Substitusi Parsial Ion La pada Material Sistem $\text{La}_x\text{Sr}_{1-x}\text{O}_{0.6}(\text{Fe}_{1.5}\text{Mn}_{0.25}\text{Ti}_{0.25}\text{O}_3)$ terhadap Sifat Absorpsi Gelombang Mikro”. Tesis Program Studi Ilmu Material Fakultas MIPA Universitas Indonesia, Depok.

Kurniawansyah, F dan Sumarno. 2008. “The Study of of Micron-Size Polystyrene Production Using Antisolvent Technology”. **Proceedings of 15th Regional Symposium On Chemical Engineering** : Kuala Lumpur.

Mashuri, 2012. “Partikel Nano $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ Berbahan Baku Fe_3O_4 dari Pasir Besi sebagai Bahan Penterap Gelombang Mikro pada Frekuensi Tinggi.” Disertasi Program Doktor Jurusan Fisika Fakultas FMIPA ITS tahun 2012.

Msomi, Justice Zakhele. 2013. "Structural and Magnetic Changes Induced by High Energy Ball Milling of CdFe_2O_4 ". **Journal of Magnetism and Magnetic Material**. Volume 336. 61-65.

Nasution, Erika Linda Yani dan Astuti. 2012. "Sintesis Nanokomposit PAni/ Fe_3O_4 sebagai Penyerap Magnetik pada Gelombang Mikro". Jurnal Fisika Unand Vol. 1 No. 1.

Nuzully, Seveny dkk. 2013. "Pengaruh Konstrasi *Polyethylene glycol* (PEG) pada Sifat Kemagnetan Nanopartikel Magnetik PEG-*Coated* Fe_3O_4 ". Jurnal Fisika Indonesia No.51, Vol XVII, Edisi Desember 2013.

Putri, Silvia Trisa. 2011. "Pengaruh Temperatur Sintering terhadap Ukuran Nanopartikel Fe_3O_4 Menggunakan Template PEG-4000". Skripsi Program Studi Fisika Jurusan Fisika Universitas Andalas, Padang.

Riskafuri, Hana. 2011. "Pengaruh Mikronisasi *Vibrating Mill* terhadap Kecepatan Disolusi Tablet Gliklazid". Skripsi Program Studi Farmasi Fakultas MIPA Universitas Indonesia, Depok.

Rosyidah, Nurul. 2013. "Sintesis Nanopartikel ZnO dengan Metode Kopresipitasi". Tugas Akhir Jurusan Fisika FMIPA ITS tahun 2013.

Sari, Riska Laksmi. 2013. "Komposit Epoksi- Fe_3O_4 Sebagai Bahan Penyerap Gelombang Radar pada Frekuensi 8-12,4 GHz". Tugas Akhir Jurusan Fisika Fakultas FMIPA ITS tahun 2013.

Solihah, Lia Kurnia. 2010. “Sintesis dan Karakteristik Partikel Nano Fe_3O_4 yang berasal dari Pasir Besi dan Fe_3O_4 Bahan Komersial (ALDRICH)”. Tugas Akhir Jurusan Fisika Fakultas FMIPA ITS tahun 2010.

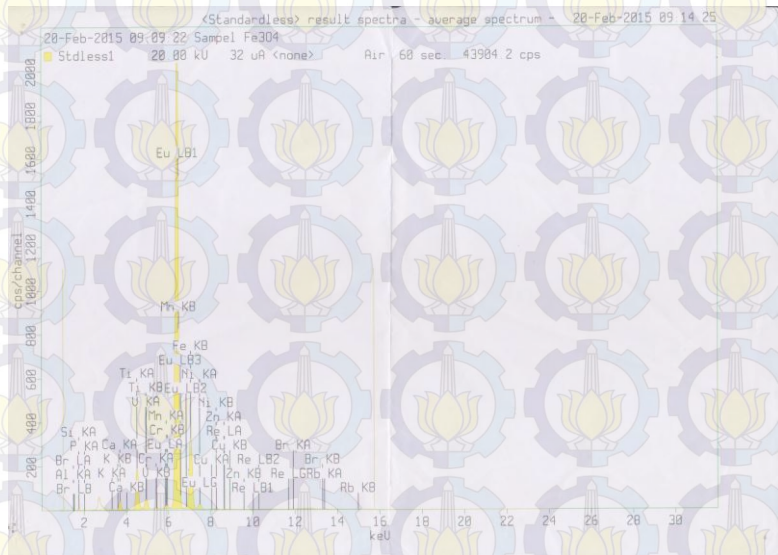
Sulungbudi, Grece Tj dkk. “Variasi Komposisi Fe (II)/Fe (III) pada Proses Sintesis *Spion* dengan Metode Presipitasi”. Tangerang: Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir (PTBIN)-BATAN.

Sunaryo dan Wira Widyawidura. 2010. “Metode Pembelajaran Bahan Magnet dan Identifikasi Kandungan Senyawa Pasir Alam Menggunakan Prinsip Dasar Fisika”. Jurnal Cakrawala Pendidikan FMIPA Universitas Negeri Jakarta No. 1 Th. XXIX.

Pratapa, Suminar. 2011. **Analisis Data Difraksi Menggunakan Metode Rietveld**. Buku kuliah Difraksi Kristal Jurusan Fisika FMIPA ITS.

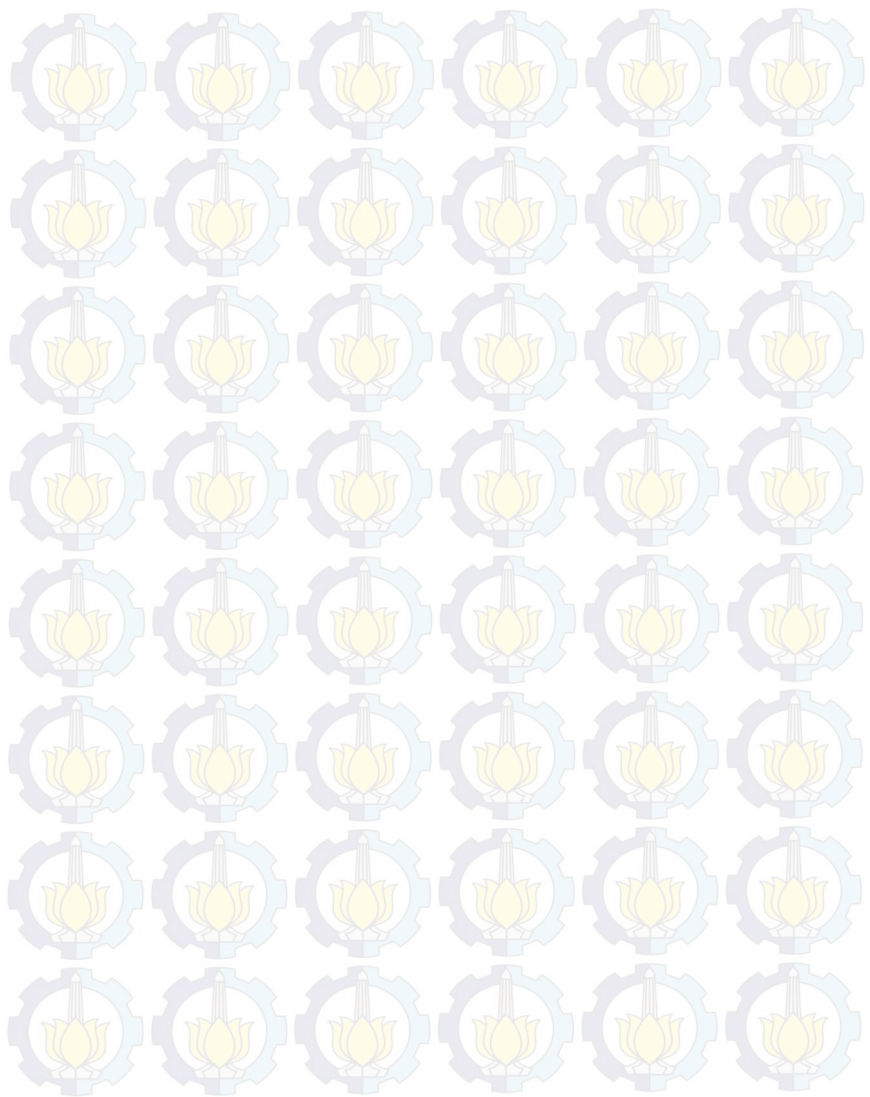
LAMPIRAN A

SPEKTRUM HASIL XRF PASIR BESI HASIL SEPARASI



Gambar 1 Spektrum Hasil XRF Pasir Besi Hasil Separasi

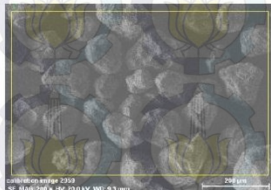
“Halaman ini sengaja dikosongkan”



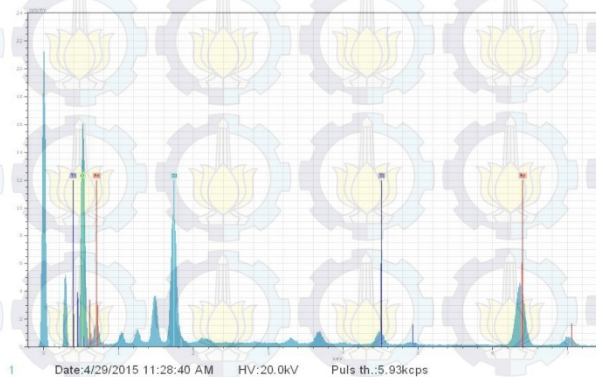
LAMPIRAN B

Hasil pengujian EDX (Energy Dispersive X-Ray) pada Pasir Besi Lumajang

tanpa miling



calibration image 2959Date:4/29/2015
11:28:11 AMImage size:512 x
384Mag:200xHV:20.0kV

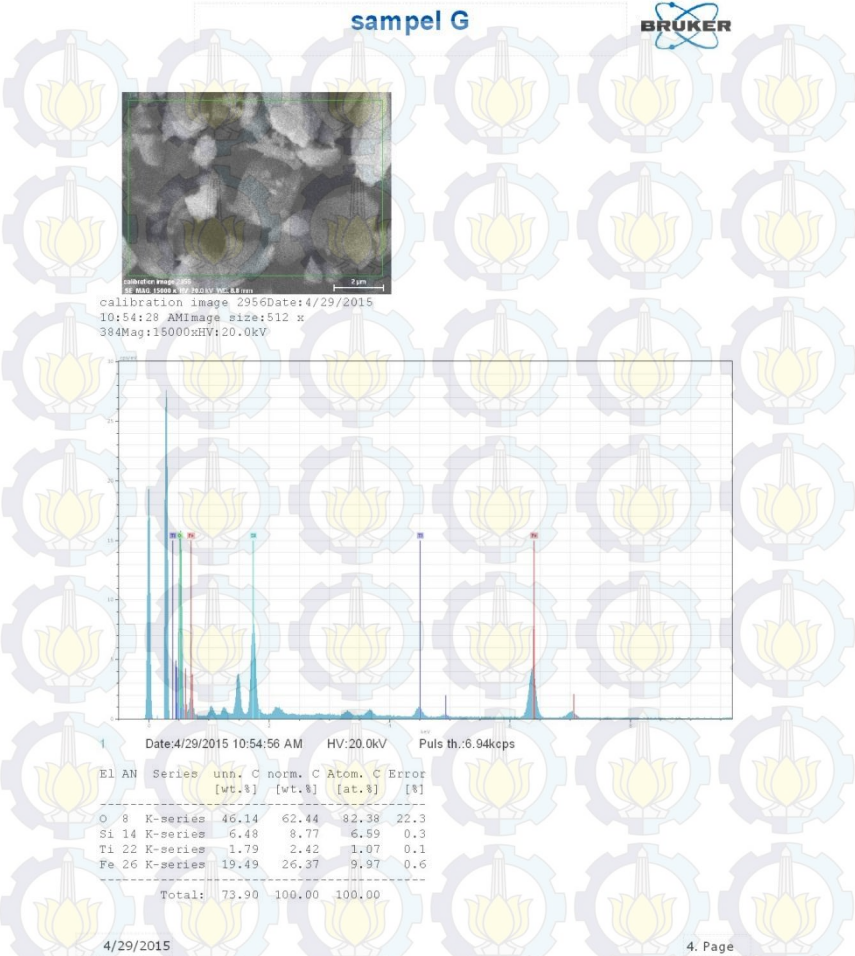


El	AN	Series	unn.	C norm.	C Atom.	C Error
			[wt.%]	[wt.%]	[at.%]	[%]
O	8	K-series	44.22	53.66	76.26	19.2
Si	14	K-series	9.55	11.58	9.38	0.4
Ti	22	K-series	2.50	3.03	1.44	0.1
Fe	26	K-series	26.15	31.73	12.92	0.7
Total:			82.42	100.00	100.00	

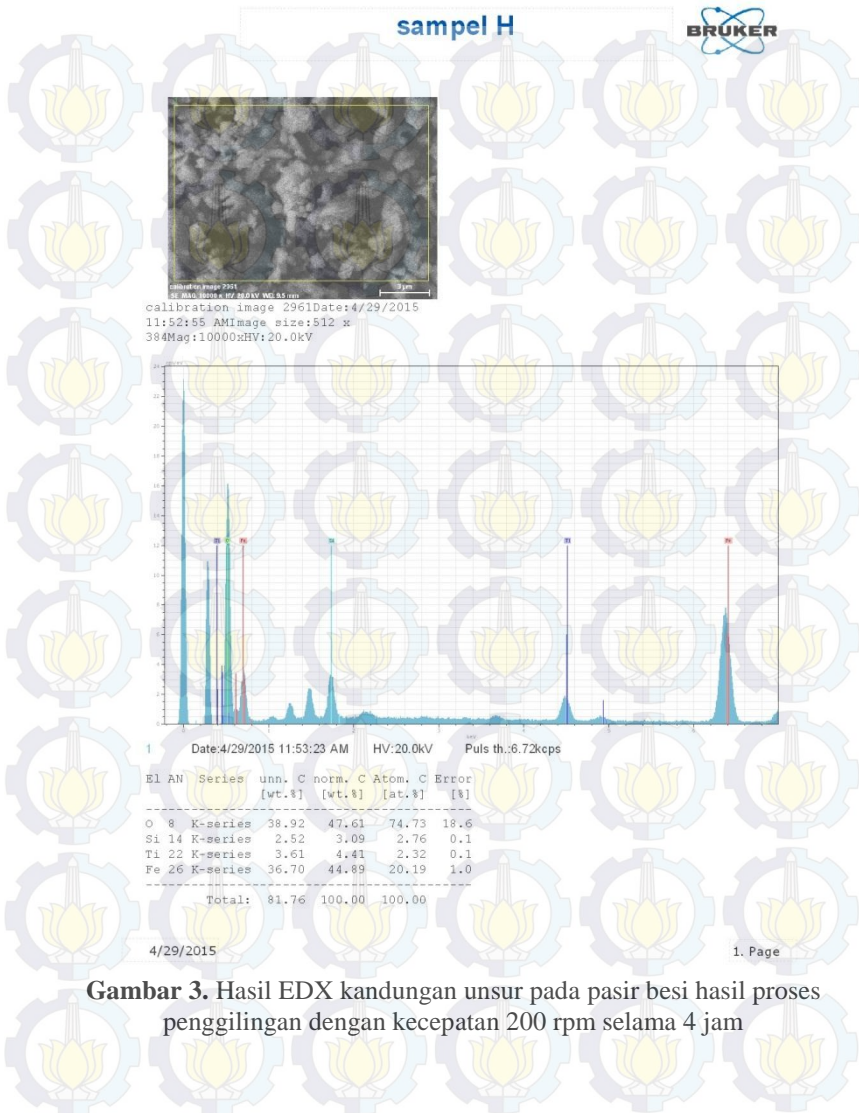
4/29/2015

4. Page

Gambar 1. Hasil EDX kandungan unsur pada pasir besi hasil separasi

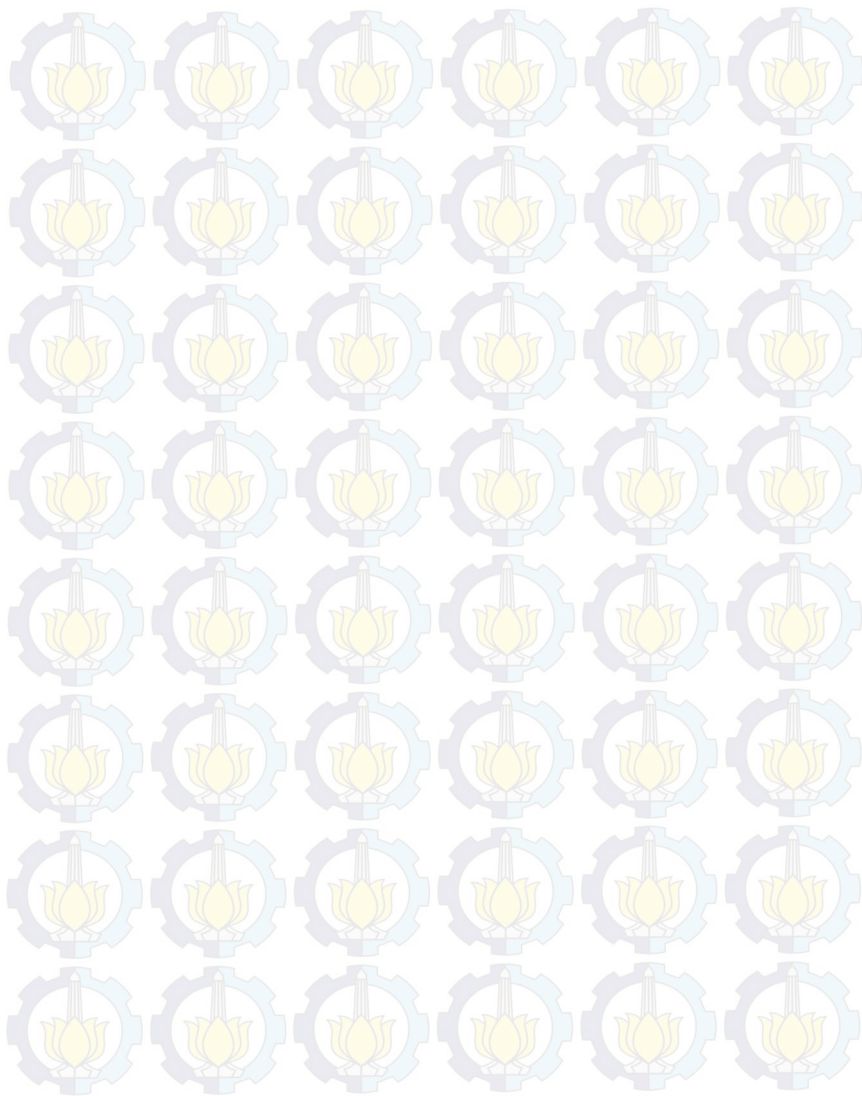


Gambar 2. Hasil EDX kandungan unsur pada pasir besi hasil proses penggilingan dengan kecepatan 200 rpm selama 2 jam



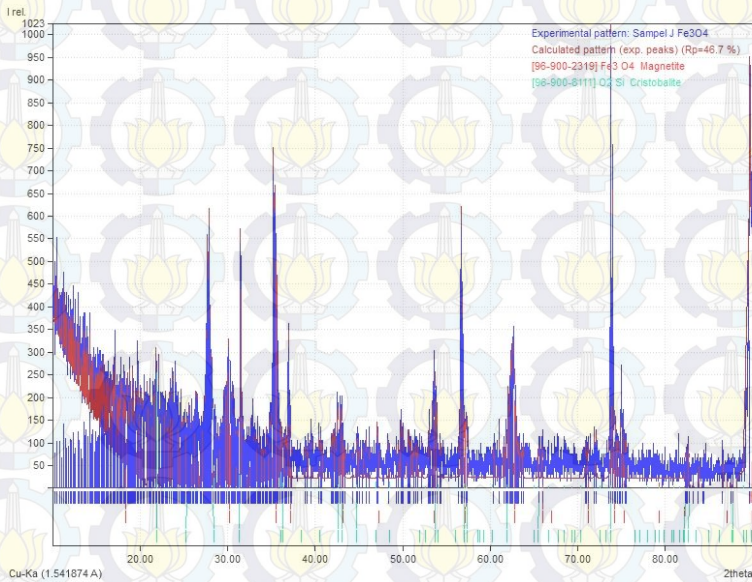
Gambar 3. Hasil EDX kandungan unsur pada pasir besi hasil proses penggilingan dengan kecepatan 200 rpm selama 4 jam

“Halaman ini sengaja dikosongkan”



LAMPIRAN C

Hasil Analisa Match untuk Sampel Pasir Besi Hasil Separasi Magnetik

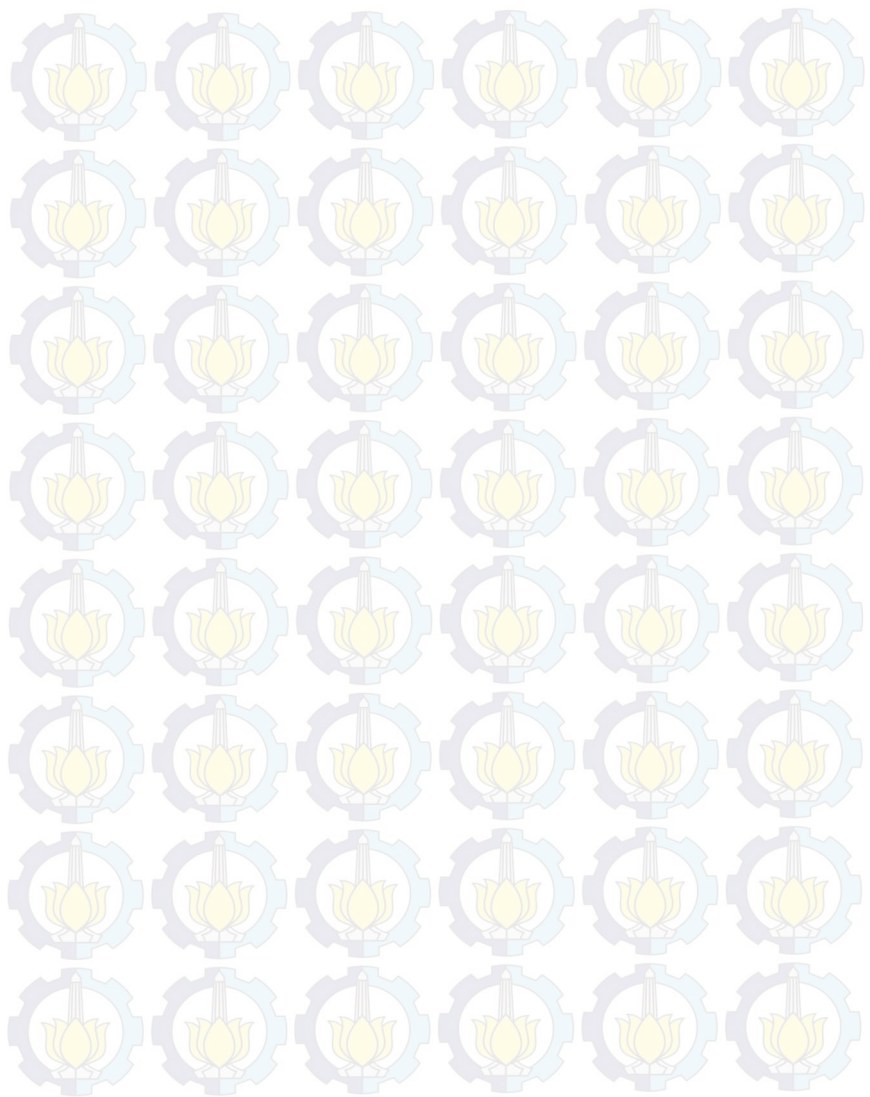


Gambar 1 Grafik Search Match! sampel pasir besi Lumajang hasil separasi magnetik

Tabel 1. Hasil pencocokan fasa sampel pasir bes hasil separasi magnetik

No	Fasa	Formula	COD	Quantity (%)
1	Magnetite	Fe_3O_4	96-900-2319	59,0
2	Cristobalite	SiO_2	96-900-8111	41,0

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

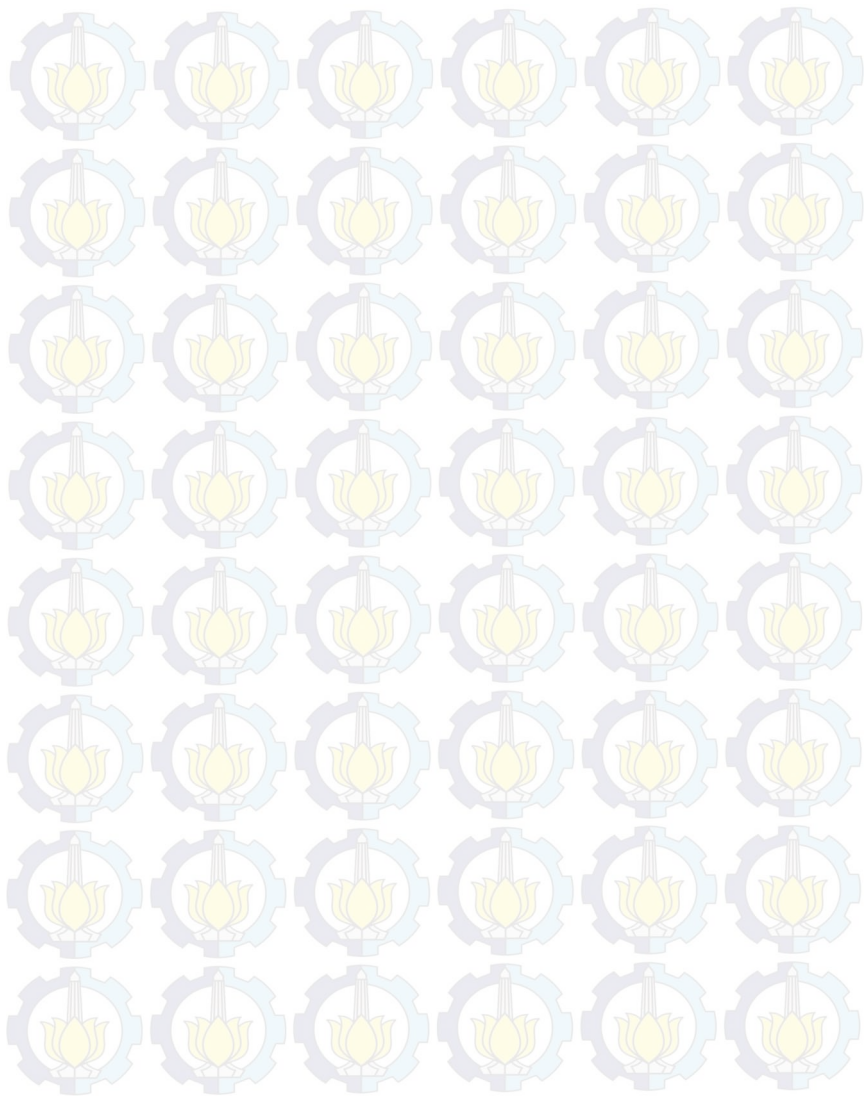


LAMPIRAN D
Hasil Analisa Rietica untuk Impuritas SiO₂ dalam Setiap
Perlakuan pada Pasir Besi Lumajang

Tabel 1 Hasil analisa kecocokan data dan komposisi fasa impuritas SiO₂ menggunakan Rietica

Sampel SiO₂	Rp	Rwp	GoF	R Brag	Komposisi Fasa (%)
Tanpa digiling	29,34	38,17	2,33	19,37	33,84
Digiling 100 rpm, 2 jam	23,01	30,16	2,41	25,96	4,47
Digiling 100 rpm, 4jam	19,09	26,69	2,14	32,31	1,10
Digiling 100 rpm, 6 jam	19,37	27,33	2,29	24,61	0,41
Digiling 150 rpm, 2 jam	18,99	27,02	2,34	16,51	10,87
Digiling 150 rpm, 4jam	17,79	25,82	2,08	21,35	1,18
Digiling 150 rpm, 6 jam	17,16	24,88	1,83	66,23	0,01
Digiling 200 rpm, 2 jam	17,45	25,23	2,01	17,71	1,01
Digiling 200 rpm, 4jam	16,97	24,42	1,88	21,55	0,72
Digiling 200 rpm, 6 jam	17,07	24,25	1,90	36,63	0,01

“Halaman ini sengaja dikosongkan”



LAMPIRAN E
COD MAGNETIT #96-101-1085

Phase classification							
Name	Iron diiron(III) oxide						
Mineral Name	Magnetite						
Formula	Fe ₃ O ₄						
I/Icor	6.060000						
Quality	C (calculated)						
References							
Publication							
Bibliography	, "The scattering power of oxygen and iron for X-Rays", Proceedings of the Physical Society, London 38 , 482-487 (1926)						
Origin of data							
Source of entry	COD (Crystallography Open Database)						
Link to orig. entry	1011084						
Crystal structure							
Crystallographic data							
Space group	F d -3 m (227)						
Crystal system	cubic						
Cell parameters	a= 8.4000 Å						
Z	8						
Atom coordinates	Ele ment	Ox id.	x	y	z	Bi	Focc
	Fe	2.0	0.000	0.000	0.000	1.000	1.000
	Fe	3.0	0.625	0.625	0.625	1.000	1.000
	O	-	0.379	0.379	0.379	1.000	1.000
		2.0					

Experimental***Physical Properties*****Meas. density** 5.17900 g/cm³**Calc. density** 5.18900 g/cm³**Remarks*****Remarks*****Comments**

- Diffraction pattern calculated by Match!.
- I/I_{cor} calculated by Match!.
- Space group has been derived from given symmetry operations.
- Ambiguous space group information in source file.

BIODATA PENULIS



Penulis “Wahyuni Lestari” merupakan anak ke 2 dari 3 bersaudara yang lahir di Kota Gresik pada 18 Oktober 1992. Semasa kecil penulis menempuh pendidikan formal antara lain di TK Dharma Wanita Sukorejo, MI Al-Fattah Sukorejo Sidayu Gresik, MTs YKUI Maskumambang Dukun Gresik, dan MA YKUI Maskumambang Dukun Gresik. Semasa kecil penulis mendapatkan pendidikan non formal di Taman Pendidikan Al-quran (TPQ) Al-Huda Sukorejo. Sejak kecil penulis diberi anugerah kelebihan pada bidang aritmatika dan fisika sehingga penulis diterima di jurusan Fisika ITS pada tahun 2011.

Semasa sekolah penulis pernah mengikuti berbagai perlombaan baik di lingkup sekolah, se-karesidenan maupun se Jawa Bali, diantaranya lomba Matematika, bahasa Inggris dan Sains. Alhamdulillah, penulis pernah menorehkan prestasi seperti menjadi juara 1 Olimpiade Sains se-MA Maskumambang, sebagai *quarter finalis* perwakilan wilayah Surabaya dalam Java Bali English Competition di Malang, finalis olimpiade Bahasa Inggris MKK MA se-karesidenan gerbangkertosusilo. Semasa kuliah penulis pernah bergabung dengan organisasi HIMASIKA ITS, BEM FMIPA ITS dan organisasi komunitas penerima beasiswa Kementrian Agama yaitu CSS MoRA ITS.

Keinginan terbesar yang ingin dilakukan oleh penulis adalah bisa menjadi seseorang yang bermanfaat buat orang banyak, khususnya orang-orang di sekitarnya seperti dalil “Sebaik-baik orang diantara kamu sekalian adalah orang yang bermanfaat bagi orang lain (wahyuni.lestari11@gmail.com).

"Halaman ini sengaja dikosongkan"

